

Description

Titre de l'invention : Dispositif de concentration de vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air.

Domaine technique de l'invention

- [0001] La présente invention se rapporte au domaine de la détection de vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air, par exemple dans le domaine de la sécurité (vapeurs d'explosifs), de l'environnement ou de l'industrie.
- [0002] L'invention concerne plus particulièrement un dispositif de concentration de ces vapeurs dans l'air.

Art Antérieur

- [0003] Il existe de nombreuses techniques pour détecter des vapeurs de molécules dans l'air. Quelle que soit la technique employée, il est toutefois important de bien échantillonner le volume d'air, c'est-à-dire de fournir au détecteur proprement dit un échantillon d'air comportant les vapeurs en concentration adaptée à la limite de détection du détecteur. Par exemple, pour les vapeurs d'explosifs, la pression de vapeur saturante est typiquement comprise entre 10^{-2} bar et 10^{-18} bar selon la nature des vapeurs d'explosif.
- [0004] Pour un détecteur donné qui est intrinsèquement plus ou moins sensible selon la technique qu'il emploie, il est donc possible de faire varier les limites de détection en modifiant la quantité échantillonnée contenant les vapeurs de molécules chimiques à détecter. En effet, plus la concentration des vapeurs échantillonnées est faible, plus il est nécessaire de collecter un volume important d'air pour que le détecteur dispose de suffisamment de matière pour passer au-dessus de ses propres limites de détection (sensibilité).
- [0005] Par ailleurs, chaque détecteur dispose d'une conception optimisée qui fige généralement sa capacité à analyser des volumes (ou des débits d'air) dans une plage donnée et généralement restreinte. Aussi, l'échantillonnage d'air est un moyen qui permet de collecter à l'endroit *ad hoc* les vapeurs de molécules chimiques à détecter en fournissant à cet endroit le volume d'air adéquat au détecteur utilisé.
- [0006] A une température donnée, chaque molécule est intrinsèquement capable de délivrer dans l'air qui l'entoure immédiatement une pression de vapeur maximale, i.e. la pression de vapeur saturante, qui lui est propre. Toutefois, dans une situation réelle, la pression de vapeur saturante est rarement atteinte et la pression réelle peut même être beaucoup plus faible que la pression de vapeur saturante (d'un ou plusieurs ordres de grandeur). Les causes peuvent être liées à la présence d'une barrière physique comme un ou plusieurs emballages entre le composé (solide ou liquide) générant les vapeurs de molécules chimiques à détecter et l'endroit du prélèvement d'air, un

échantillonnage d'air avant l'atteinte de la pression de vapeur saturante dans le volume à échantillonner par exemple dans un très grand volume d'air, ou encore la présence d'une ventilation générant un effet de dilution des vapeurs ou une combinaison de plusieurs ces facteurs ou d'autres facteurs.

- [0007] On comprend donc que, quelle soit la technique de détection employée au niveau du détecteur, il est d'intérêt de concentrer les vapeurs d'intérêt dans un volume d'air compatible avec les performances du détecteur. Par ailleurs, le faire avec de grands débits d'air ne peut que permettre de réduire significativement le temps de prélèvement (rapidité).
- [0008] Plusieurs types de dispositifs de concentration de vapeurs de molécules chimiques existent déjà.
- [0009] Certains concentrateurs sont bien adaptés aux détecteurs très sensibles à très faible volume d'analyse car ils traitent de faibles volumes d'échantillons par unité de temps. On peut par exemple citer l'article de Giordano, Braden C., Daniel C. Ratchford, Kevin J. Johnson, and Pehr E. Pehrsson. "Silicon Nanowire Arrays for the Preconcentration and Separation of Trace Explosives Vapors." *Journal of Chromatography A* 1597 (2019/07/19/ 2019): pp. 54-62. Dans cet article, on décrit un dispositif de concentration de vapeurs de molécules chimiques adapté pour un débit de 180 mL/min (3 L/h) basé sur des nanofils chauffants à 200°C à base de silicium. Ce type de concentrateurs ne convient pas pour adresser de grands volumes d'air.
- [0010] A contrario, d'autres dispositifs de concentration sont bien adaptés aux détecteurs à très grands volumes d'analyse, par exemple communs dans l'industrie du retraitement chimique. Par exemple, l'article de Linker, Kevin L. *Large-Volume Sampling and Preconcentration for Trace Explosives Detection*, Sandia National Laboratory, 2004 décrit une série de concentrateurs à très grands volumes avec des débits entre 200 et 1160 m³/h. Toutefois, ce type de dispositifs ne sont pas mobiles et ne peuvent donc être employés *ad hoc* sur un lieu quelconque.
- [0011] Des dispositifs de concentration de vapeurs de molécules chimiques dans de l'air capables à la fois de traiter de grands volumes et mobiles (ou portables) sont plus rares ou peu décrits. On peut toutefois citer Gillanders, Ross N., James M. E. Glackin, Janja Filipi, Nikola Kezic, Ifor D. W. Samuel, and Graham A. Turnbull. "Preconcentration Techniques for Trace Explosive Sensing." *Science of The Total Environment* 658 (2019/03/25/ 2019): 650-58. Dans cet article, on décrit un dispositif présentant un débit de prélèvement de 60 L/min (1 L/h) pour une concentration conséquente. En effet, le facteur de concentration pour 120 cm²d'absorbant améliore d'un facteur 3 la concentration finale pour 10 minutes de prélèvement. Ce moyen est décrit comme spécifique du détecteur utilisé (fluorescence) et du milieu à échantillonner (ruches d'abeilles).

Résumé de l'invention

- [0012] Un objectif de l'invention est de proposer un dispositif de concentration de vapeurs de molécules chimiques dans l'air amélioré.
- [0013] En particulier, un objectif de l'invention est de proposer un dispositif de concentration de vapeurs de molécules chimiques capable de traiter de grands volumes d'air avec des débits importants.
- [0014] En particulier également, un autre objectif de l'invention est de proposer un tel dispositif qui soit portable par un opérateur humain.
- [0015] A cet effet, l'invention propose un dispositif de concentration de vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air, ledit dispositif comprenant :
- un réceptacle comportant un orifice central d'entrée d'air ;
 - une cage cylindrique logée dans le réceptacle, ladite cage comportant : une première couronne définissant un orifice central communiquant avec l'orifice central d'entrée d'air du réceptacle, une deuxième couronne, une pluralité de tiges s'étendant parallèlement entre la première couronne et la deuxième couronne, lesdites tiges étant réparties sur la circonférence desdites couronnes, et un fil chauffant muni d'une gaine soit faite d'un même matériau isolant électriquement, résistant au niveau de température susceptible d'être produit dans le fil chauffant et apte à absorber lesdites vapeurs soit faite d'au moins deux couches réalisées dans des matériaux distincts mais tous résistants au niveau de température susceptible d'être produit dans le fil chauffant, la couche radialement interne étant par ailleurs faite en un matériau isolant électriquement et la couche radialement externe étant par ailleurs faite en un matériau apte à absorber lesdites vapeurs, ledit fil chauffant étant soit enroulé autour de l'ensemble des tiges soit tissé avec les tiges ;
 - un couvercle pour le réceptacle, ledit couvercle comportant un ou plusieurs orifice(s) de sortie radialement externe(s) par rapport à ladite cage et s'étendant sur le contour périphérique de ladite cage.
- [0016] L'invention pourra comprendre l'une au moins des caractéristiques suivantes, prises seules ou en combinaison :
- [0017] - lesdites tiges sont en nombre impair ;
- [0018] - lesdites tiges sont réparties à intervalles réguliers sur la circonférence desdites couronnes ;
- [0019] - la cage comporte au moins un thermocouple ;
- [0020] - le dispositif selon l'invention comprend en outre une cage additionnelle cylindrique logée dans le réceptacle, ladite cage additionnelle comportant une première couronne définissant un orifice central, une deuxième couronne définissant un orifice central, et une pluralité de tiges s'étendant parallèlement entre la première couronne et la

deuxième couronne, lesdites tiges étant réparties sur la circonférence desdites couronnes, les orifices centraux desdites couronnes de la cage additionnelle présentant un diamètre correspondant au diamètre externe des couronnes de ladite cage, un fil chauffant muni d'une gaine soit faite d'un même matériau isolant électriquement, résistant au niveau de température susceptible d'être produit dans le fil chauffant et apte à absorber lesdites vapeurs soit faite d'au moins deux couches réalisées dans des matériaux distincts mais tous résistants au niveau de température susceptible d'être produit dans le fil chauffant, la couche radialement interne étant par ailleurs faite en un matériau isolant électriquement et la couche radialement externe étant par ailleurs faite en un matériau apte à absorber lesdites vapeurs, ledit fil chauffant étant soit enroulé autour de l'ensemble des tiges soit tissé avec les tiges de la cage additionnelle, le ou chaque orifice de sortie d'air du couvercle étant radialement externe par rapport à la cage additionnelle ;

- [0021] - ladite pluralité de tiges de la cage additionnelle est en nombre impair ;
- [0022] - lesdites tiges de la cage additionnelle sont réparties à intervalles réguliers sur la circonférence desdites couronnes ;
- [0023] - la gaine du fil chauffant de la cage additionnelle est réalisée en un matériau identique à la gaine du fil chauffant de ladite cage ;
- [0024] - la cage additionnelle comporte au moins un thermocouple ;
- [0025] - le dispositif selon l'invention une autre cage additionnelle cylindrique logée dans le réceptacle, ladite une autre cage additionnelle comportant une première couronne définissant un orifice central, une deuxième couronne définissant un orifice central, et une pluralité de tiges s'étendant parallèlement entre la première couronne et la deuxième couronne, lesdites tiges étant réparties sur la circonférence desdites couronnes, les orifices centraux desdites couronnes de ladite une autre cage additionnelle présentant un diamètre correspondant au diamètre externe des couronnes de la cage additionnelle, un fil chauffant muni d'une gaine soit faite d'un même matériau isolant électriquement, résistant au niveau de température susceptible d'être produit dans le fil chauffant et apte à absorber lesdites vapeurs soit faite d'au moins deux couches réalisées dans des matériaux distincts mais tous résistants au niveau de température susceptible d'être produit dans le fil chauffant, la couche radialement interne étant par ailleurs faite en un matériau isolant électriquement et la couche radialement externe étant par ailleurs faite en un matériau apte à absorber lesdites vapeurs, ledit fil chauffant étant soit enroulé autour de l'ensemble des tiges soit tissé avec les tiges de ladite une autre cage additionnelle, le ou chaque orifice de sortie d'air du couvercle étant radialement externe par rapport à ladite une autre cage additionnelle ;
- [0026] - lesdites tiges de ladite une autre cage additionnelle sont en nombre impair ;

- [0027] - lesdites tiges de ladite une autre cage additionnelle sont réparties à intervalles réguliers sur la circonférence desdites couronnes ;
- [0028] - la gaine du fil chauffant de ladite une autre cage additionnelle est réalisée en un matériau identique d'une part, à celui de la gaine du fil chauffant de la cage additionnelle et d'autre part, à celui de la gaine du fil chauffant de la cage ;
- [0029] - la surface cumulée de la totalité des sections des orifices de sortie est strictement supérieure à la surface de la section de l'orifice central d'entrée d'air ;
- [0030] - un moyen d'ouverture/fermeture du ou de chaque orifice de sortie d'air du couvercle.

Brève description des figures

- [0031] D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront au cours de la lecture de la description détaillée qui va suivre pour la compréhension de laquelle on se reportera aux dessins annexés et pour lesquels :
- [0032] La [Fig.1] est une vue en perspective éclatée d'un dispositif de concentration de vapeurs de molécules chimiques conforme à l'invention ;
- [0033] La [Fig.2] est une vue en perspective de différentes cages employées dans le dispositif représenté sur la [Fig.1] ;
- [0034] La [Fig.3] est une vue des cages représentées sur la [Fig.2] une fois assemblées et logées dans un réceptacle du dispositif représenté sur la [Fig.1] ;
- [0035] La [Fig.4] est une vue en coupe d'un fil chauffant muni d'un cœur conducteur de l'électricité entouré d'une gaine apte à absorber des vapeurs de composés chimiques, selon 3 figures pour représenter les 3 fils envisagés avec chacune des différentes cages représentées sur la [Fig.2] ;
- [0036] La [Fig.5] est un schéma représentant, en fonctionnement, le passage pris par un flux d'air au sein du dispositif représenté sur la [Fig.1] ;
- [0037] La [Fig.6] est un schéma représentant un type d'emboîtement entre la couronne d'une cage et le fond du réceptacle du dispositif selon l'invention pour assurer une étanchéité ;
- [0038] La [Fig.7] est un schéma représentant un type d'emboîtement entre la couronne d'une cage et le couvercle du dispositif selon l'invention pour assurer une étanchéité ;
- [0039] La [Fig.8] est une vue de côté d'une variante de réalisation du dispositif selon l'invention dans laquelle le fil chauffant est enroulé autour des tiges de la cage.

Description détaillée de l'invention

- [0040] L'invention est décrite à l'appui de l'ensemble des figures annexées.
- [0041] L'invention propose un dispositif de concentration DC de vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air. Le dispositif DC comprend un réceptacle RCP comportant un orifice central d'entrée d'air OEA, une cage CG cylindrique logée dans

le réceptacle RCP et un couvercle CVC muni d'une sortie d'air.

- [0042] Le réceptacle RCP est avantageusement cylindrique. L'orifice central d'entrée d'air OEA est avantageusement circulaire.
- [0043] La cage CG comporte une première couronne PC1 définissant un orifice central OC1 communiquant avec l'orifice central d'entrée d'air OEA du réceptacle RCP. La cage CG comporte aussi une deuxième couronne PC2. La cage CG comporte également une pluralité de tiges TG s'étendant parallèlement entre la première couronne PC1 et la deuxième couronne PC2, lesdites tiges TG étant réparties sur la circonférence des couronnes PC1, PC2. Enfin, la cage CG comporte un fil chauffant FC muni d'une gaine G apte à absorber lesdites vapeurs, ledit fil chauffant FC étant tissé avec les tiges TG. Avantageusement, le nombre de tiges TG est impair. Cela facilite le tissage du fil chauffant FC. Avantageusement également, les tiges TG sont réparties à intervalles réguliers sur la circonférence des couronnes PC1, PC2. Cela assure un tissage homogène du fil chauffant FC sur les tiges et par suite, une certaine symétrie propice, en utilisation, à l'obtention d'un comportement isotrope de la circulation de l'air et donc de la concentration des vapeurs à détecter.
- [0044] La sortie d'air est par exemple réalisée par une pluralité d'orifices OSA1, OSA2, OSA3 faits dans le couvercle CVC, radialement externes par rapport à la cage CG, et répartis sur le contour périphérique CPH de la cage CG. L'orifice d'entrée d'air OEA étant central et les orifices OSA1, OSA2, OSA3 étant périphériques, le flux d'air au sein du réceptacle RCP présente un mouvement à la fois axial et radial. Cet agencement facilite le passage de l'air à travers la structure formée par le fil chauffant FC tissé avec les tiges TG. Avantageusement, la surface cumulée de la totalité des sections des orifices de sortie OSA est strictement supérieure à la surface de la section de l'orifice central d'entrée d'air OEA (unique). Cela permet, en utilisation, de diminuer les pertes de charge. Par exemple, on pourra prévoir que la surface cumulée de la totalité des sections des orifices de sortie OSA soit supérieure d'au moins 10%, par exemple entre 10% et 30%, à la surface de la section de l'orifice central d'entrée d'air OEA.
- [0045] Le fil chauffant FC est constitué d'un fil conducteur électrique FCE, par exemple métallique mais pouvant être fait en un autre matériau conducteur électrique, recouvert d'une gaine G faite d'au moins un matériau capable d'absorber les vapeurs de molécules chimiques à concentrer (et qu'on cherche *in fine* à détecter). Le fil conducteur FCE peut être un fil monobrin, comme représenté sur la [Fig.4] ou multibrins. Le fil conducteur électrique FCE, par exemple visible sur la [Fig.4], débute et se termine par des cosses de branchement CBE qui permettent une connexion externe avec une source d'énergie électrique. Comme on peut le comprendre, la gaine G est isolante électriquement et capable de résister aux températures (typiquement

dans une gamme allant de 140°C à 300 °C) susceptibles d'être imposées par le fil conducteur du fil chauffant (effet Joule) lorsqu'un courant électrique le traverse.

- [0046] En pratique, on peut envisager une gaine faite d'un même matériau ayant les propriétés mentionnées précédemment. Un matériau susceptible d'être employé pour la gaine G est le PDMS (polydiméthylsiloxane) dont nous rappelons la formule chimique brute : $-(\text{Si}(\text{CH}_3)_2-\text{O})_n$. Ce matériau permet de concentrer les vapeurs comme celles du 4-NT (4-nitrotoluène), du TNT (trinitrotoluène) ou du DMNB (diméthylidinitrobutane) par exemple.
- [0047] En variante, on peut aussi envisager une gaine G avec une structure faite d'au moins deux couches successives avec une couche radialement interne isolante électriquement et capable de résister aux températures susceptibles de lui être imposées mais non nécessairement apte à absorber les vapeurs de molécules chimiques (il peut par exemple s'agir du PDMS), et une couche radialement externe également apte à résister aux température susceptibles de lui être imposées mais aussi apte à absorber les vapeurs de molécules chimiques d'intérêt, sans pour autant être nécessairement isolante électriquement (il peut s'agir d'un matériau à base PDMS comportant un ou plusieurs additifs, par exemple de type tamis moléculaire comme le Carboxen®). On remplit les mêmes fonctionnalités, mais avec deux couches aux propriétés complémentaires.
- [0048] Le fil chauffant FC peut libérer les molécules piégées grâce au passage d'un courant électrique dans le fil conducteur situé au cœur (effet Joule). Ceci provoque la libération rapide des vapeurs piégées dans la gaine G. Le gradient de température décroissant du cœur vers l'extérieur du fil chauffant ainsi créé dans le matériau absorbant favorise la libération des vapeurs vers l'extérieur en limitant fortement les vapeurs résiduelles dans le matériau. La limitation des vapeurs résiduelles dans le matériau permet une rapide réutilisation du dispositif de concentration DC en réduisant considérablement l'amplitude de l'effet-mémoire responsable d'un résiduel persistant des molécules chimiques dans le matériau.
- [0049] Avantagusement, le dispositif de concentration DC comprend un moyen d'ouverture/fermeture des orifices du couvercle. Ce moyen d'ouverture/fermeture peut se présenter sous la forme d'un disque DSQ monté à rotation sur le couvercle CVC, le disque DSQ comportant des ouvertures OV1, OV2, OV3 pouvant (ou non) être mises en correspondance avec les orifices du couvercle CVC. On peut ainsi laisser les orifices OA1, OA2, OA3 ouverts (par exemple pendant l'absorption des vapeurs de molécules chimiques dans la gaine prévue à cet effet dans le débit d'air circulant dans le dispositif de concentration) ou bien les fermer (par exemple, pour assurer une montée en température plus rapide du volume d'air présent dans le réceptacle).
- [0050] Dans une variante, en l'occurrence schématisée sur la [Fig.5], le couvercle CVC

comporte un unique orifice de sortie d'air OSA radialement externe par rapport à ladite cage CG et s'étendant sur le contour périphérique CPH du couvercle, de préférence sur tout le contour périphérique. Un tel couvercle CVC peut être associé à un moyen d'ouverture/fermeture de l'orifice OSA du couvercle se présentant sous la forme d'un capuchon (non représenté) aux dimensions adaptées à celles du couvercle. La [Fig.5] représente aussi le flux d'air FA au sein du dispositif de concentration DC. Ce flux d'air est le même en présence de plusieurs orifices de sortie sur le couvercle, comme cela est représenté sur la [Fig.1].

- [0051] On pourra prévoir que la cage CG comporte au moins un thermocouple TC. Ce thermocouple TC est avantageusement placé en partie extérieure de la gaine G pour mesurer la température au niveau de la gaine G. Un suivi de la température peut être effectué avec un ou plusieurs processeur(s) rebouclant avec l'alimentation électrique du fil chauffant FC pour assurer un contrôle précis de la température au niveau de la gaine G et plus généralement dans le dispositif de concentration DC.
- [0052] Afin d'augmenter les performances ou d'élargir les capacités du dispositif de concentration DC, on peut augmenter la surface d'échange entre la gaine et l'air au sein du volume (donné) du réceptacle RCP.
- [0053] Dans ce but, le dispositif de concentration peut prévoir une cage additionnelle CG1 cylindrique logée dans le réceptacle, agencée autour de ladite cage CG. De manière générale, la cage additionnelle CG1 est similaire à la cage CG, mais présente simplement un diamètre plus grand. Plus précisément, la cage additionnelle CG1 comporte une première couronne PC11 définissant un orifice central OC11. La cage additionnelle CG1 comporte aussi une deuxième couronne PC12 définissant un orifice central OC12. La cage additionnelle comporte également une pluralité de tiges TG10 s'étendant parallèlement entre la première couronne PC11 et la deuxième couronne PC12, lesdites tiges étant réparties sur la circonférence desdites couronnes PC11, PC12. Par ailleurs, les orifices centraux OC11, OC12 des couronnes PC11, PC12 de la cage additionnelle CG1 présentent un diamètre interne correspondant au diamètre externe des couronnes PC1, PC2 de ladite cage CG. La cage additionnelle CG1 comporte enfin un fil chauffant FC10 muni d'une gaine G10 faite en un matériau apte à absorber lesdites vapeurs, ledit fil chauffant FC10 étant tissé avec les tiges TG10 de la cage additionnelle CG1. Là aussi, le ou chaque orifice de sortie d'air OSA, OSA1, OSA2, OSA3 du couvercle CVC est radialement externe par rapport à la cage additionnelle CG1. On assure ainsi, par exemple lors d'une étape visant à concentrer des vapeurs de composés chimiques au sein du dispositif de concentration DC, que l'air entrant par l'orifice d'entrée d'air OEA du réceptacle RCP circule à l'intérieur de la cage CG, mais aussi radialement pour pouvoir atteindre le fil chauffant FC10 de ladite cage additionnelle CG1 avant de sortir du réceptacle RCP et du dispositif de

concentration DC.

- [0054] La cage additionnelle CG1 pourra également comporter au moins un thermocouple TC, avantageusement placé en partie extérieure de la gaine G10 du fil chauffant FC10 pour mesurer la température au niveau de la gaine G10.
- [0055] Afin de faciliter le positionnement de la cage CG à l'intérieur de la cage additionnelle CG1, le dispositif de concentration DC comprend avantageusement des moyens de coopération L1, T1 complémentaires sont respectivement placés sur la première couronne PC11 de la cage additionnelle CG1 et sur la première couronne PC1 de ladite cage CG en un lieu donné de leurs circonférences respectives. Typiquement, et comme représenté sur les figures annexées, on peut prévoir une languette L1 sur la périphérie externe de la première couronne PC1 de la cage CG et une ouverture T1 de forme correspondante sur la périphérie interne de la première couronne PC11 de la cage additionnelle CG1.
- [0056] On peut prévoir que le fil chauffant FC10 de la cage additionnelle CG1 soit, notamment pour la gaine, fait d'un matériau identique au fil chauffant FC de ladite cage. Cela présente notamment un intérêt lorsque l'on cherche à augmenter le taux de concentration de vapeurs d'un composé chimique donné dans l'air et/ou augmenter la vitesse de traitement pour une concentration donnée. Par ailleurs, un fil chauffant FC, FC10 de diamètre identique pour les deux cages CG, CG1 implique une surface d'échange plus grande entre la gaine et l'air ambiant pour le fil chauffant FC10 de la cage additionnelle CG1, du fait que cette cage additionnelle CG1 présente un diamètre plus grand. Cette surface d'échange accrue permet d'ajouter un second niveau de piégeage vis-à-vis des vapeurs non piégées par la gaine G du fil chauffant FC de la cage CG.
- [0057] Il est à noter qu'en fonction des disponibilités des matériaux, le diamètre externe du fil chauffant FC10 pourra varier, ainsi que sa constitution interne donc notamment pour sa gaine, l'important étant que cela ne change pas significativement les caractéristiques finales telles que l'isolation électrique, les capacités de piégeage, ou encore le poids.
- [0058] Toutefois, et en variante, on peut envisager d'avoir une gaine G10 du fil chauffant FC10 de la cage additionnelle CG1 faite en un matériau différent de la gaine G du fil chauffant FC de la cage CG1. Dans ce cas, il est alors possible d'absorber des vapeurs de composés chimiques différentes présentes dans l'air et donc finalement de concentrer différentes molécules de vapeurs. A titre d'exemple, on peut envisager pour la gaine G du fil chauffant FC de la cage CG1 du PDMS et pour la gaine G1 du fil chauffant FC10 de la cage CG10, du PDMS incorporant du carbone. Le carbone peut être un matériau se présentant sous la forme d'un tamis moléculaire (issu de la pyrolyse de polymères). Avec un tamis moléculaire, il est possible de faire varier la

taille des pores et donc de cibler différents types de vapeurs de molécules chimiques à piéger. Typiquement, ces vapeurs se situent dans une gamme de tailles correspondant à celles des n alcanes C2 à C5. La gamme de produits Carboxen® est un exemple de ce type de produit.

- [0059] Le dispositif de concentration DC peut aussi prévoir encore une autre cage additionnelle CG2 cylindrique logée dans le réceptacle RCP. Cette autre cage additionnelle CG2 comporte une première couronne PC21 définissant un orifice central OC21. Cette autre cage additionnelle CG20 comporte aussi une deuxième couronne PC22 définissant un orifice central OC22 et une pluralité de tiges TG20 s'étendant parallèlement entre la première couronne PC21 et la deuxième couronne PC22, lesdites tiges étant réparties sur la circonférence desdites couronnes PC21, PC22. Par ailleurs, les orifices centraux OC21, OC22 des couronnes PC21, PC22 de ladite une autre cage additionnelle CG2 présentent un diamètre interne correspondant au diamètre externe des couronnes PC11, PC12 de la cage additionnelle CG1. Cette autre cage additionnelle CG2 comporte enfin un fil chauffant FC20 muni d'une gaine G20 faite en un matériau apte à absorber lesdites vapeurs, ledit fil chauffant FC20 étant tissé avec les tiges TG20 de ladite une autre cage additionnelle CG2. Là également, le ou chaque orifice de sortie d'air OSA, OSA1, OSA2, OSA3 du couvercle CVC est radialement externe par rapport à ladite une autre cage additionnelle CG2. On assure ainsi, par exemple lors d'une étape visant à concentrer des vapeurs de composés chimiques au sein du dispositif de concentration DC, que l'air entrant par l'orifice d'entrée d'air OEA du réceptacle RCP circule à l'intérieur de la cage CG, mais aussi radialement pour pouvoir atteindre le fil chauffant FC20 de ladite au moins une autre cage additionnelle CG20 avant de sortir du réceptacle RCP et du dispositif de concentration DC.
- [0060] Ladite une autre cage additionnelle CG2 pourra également comporter au moins un thermocouple TC20, avantageusement placé en partie extérieure de la gaine G20 du fil chauffant FC20 pour mesurer la température au niveau de la gaine G20.
- [0061] Afin de faciliter le positionnement de la cage additionnelle CG1 à l'intérieure de ladite une autre cage additionnelle CG2, le dispositif de concentration DC comprend avantageusement des moyens de coopération L2, T2 complémentaires. Plus précisément, les moyens de coopération L2, T2 complémentaires sont respectivement placés sur la première couronne PC21 de ladite une autre cage additionnelle CG2 et sur la première couronne PC11 de ladite cage additionnelle CG1 en un lieu donné de leurs circonférences respectives. Typiquement, et comme représenté sur les figures annexées, on peut prévoir une languette L2 sur la périphérie externe de la première couronne PC11 de la cage additionnelle CG1 et une ouverture T2 de forme correspondante sur la périphérie interne de la première couronne PC21 de ladite une

autre cage additionnelle CG2.

- [0062] On peut envisager que la gaine G20 du fil chauffant FC20 de ladite une autre cage additionnelle CG2 soit réalisée en un matériau identique d'une part, à celui de la gaine G10 du fil chauffant FC10 de la cage additionnelle CG1 et d'autre part, à celui de la gaine G du fil chauffant FC de la cage CG. Dans ce cas, cela permet d'augmenter la surface d'échange du matériau absorbant les vapeurs de composés chimiques présentes dans l'air, en l'occurrence au niveau de la cage CG2 la plus radialement externe et qui voit localement une concentration plus faible de ces vapeurs du fait de l'absorption opérée au niveau des deux cages CG, CG1 les plus internes.
- [0063] Bien entendu, on peut envisager au contraire que le matériau formant la gaine G20 soit différent non seulement du matériau formant la gaine G du fil chauffant FC, mais aussi du matériau formant la gaine G10 du fil chauffant FC10 de la cage additionnelle CG1. Il devient alors possible de concentrer à la fois des vapeurs de trois familles chimiques différentes avec le dispositif de concentration DC.
- [0064] On peut aussi, à souhait, prévoir que l'une des gaines G, G10, G20 soit faite en un matériau différent du matériau formant les deux autres gaines. Dans ce cas, on peut alors concentrer des vapeurs de deux composés chimiques différents tout en augmentant par exemple le taux de concentration des vapeurs d'une autre famille de composés chimiques.
- [0065] Par ailleurs, dans toute la description qui précède, nous avons présenté des réalisations pour lesquelles le fil chauffant FC, FC10, FC20 est tissée avec les tiges de la cage associée CG, CG1, CG2. En variante, on peut prévoir que le fil chauffant FC, FC10, FC20 soit enroulé autour desdites tiges. Lorsque plusieurs cages sont envisagées, on peut enrouler le fil chauffant autour des tiges pour une seule cage, seulement certaines cages ou toutes les cages. On pourra se référer à la [Fig.8] qui montre une telle variante de réalisation pour la cage CG.
- [0066] De plus, lorsque plusieurs cages sont envisagées, on peut prévoir que celles-ci soient solidaires les unes des autres au niveau de leurs couronnes respectives. Les cages se présentent alors sous la forme d'un bloc, ce qui facilite l'installation des cages puisqu'une seule mise en place est alors nécessaire. On peut en outre prévoir que ce bloc soit fixable au fond du réceptacle et solidariser le couvercle au bloc, couvercle prévoyant alors avantageusement une poignée pour faciliter l'extraction du bloc de son réceptacle.
- [0067] L'étanchéité entre le fond du réceptacle RCP et les couronnes de chaque cage CG, CG1, CG2 ([Fig.6]) d'une part ainsi que l'étanchéité entre le couvercle CVC et ces mêmes couronnes ([Fig.7]) d'autre part, sont avantageusement réalisées par l'usinage dans la masse d'une double onde qui permet l'assemblage des deux pièces permettant d'assurer une étanchéité suffisante pour le bon fonctionnement du dispositif. Sur la

[Fig.6], cette double onde est formée par un bourrelet BPC1 réalisé dans la couronne PC1 inférieure de la cage CG1 (en l'occurrence) venant s'insérer de manière étanche dans un creux CFRCP correspondant réalisé dans le fond FRCP du réceptacle RCP. Sur la [Fig.7], cette double onde est formée par un bourrelet BPC2 réalisé dans la couronne PC2 supérieure de la cage CG1 (en l'occurrence) venant s'insérer dans un creux CCVC réalisé dans le couvercle CVC. Cette conception évite l'emploi de joints pour assurer cette étanchéité. On peut observer les bourrelets BPC1, FRCP sur les figures 2 et 3, respectivement.

[0068] Le volume libre du réceptacle, c'est-à-dire son volume total moins le volume de la cage qui y est logée ou selon le cas, de l'ensemble des cages qui y sont logées, doit être le plus faible possible tout en restant proche du volume nécessaire au détecteur employé en aval du dispositif de concentration pour réaliser l'analyse. Par exemple, on considère un détecteur d'explosif disposant d'un débit d'analyse de 0,1 litre par minute pour une durée d'analyse d'une minute et d'une limite de détection de 1 ppbv (10^{-9} v/v). On peut alors l'associer à un dispositif de concentration DC selon l'invention échantillonnant 100 litres d'air contenant 0,01 ppbv de vapeurs d'explosif qui seront piégées puis relâchées dans un volume plus petit du réceptacle de 0,1 litre. Dans ce cas, la concentration qui en résultera sera de 1000, soit trois ordres de grandeur. Ce gain permettra au détecteur de disposer, après l'opération dispositif de concentration DC selon l'invention, à une concentration de 10 ppbv soit 10 fois au-dessus de la limite de détection du détecteur alors qu'il aurait été impossible de réaliser cette détection sans dispositif de concentration, la concentration étant en effet cent fois inférieure à la limite de détection native du détecteur. La réalité conduit à des valeurs inférieures du niveau de concentration du fait des rendements de piégeage propres à chaque couple « molécule chimique – cage muni de son fil chauffant avec sa gaine » ou des propriétés des vapeurs des molécules chimiques étudiées.

[0069] On notera que plusieurs technologies de détection sont compatibles avec le dispositif de concentration DC selon l'invention. Il est possible de citer, sans que ce soit limitatif, la spectrométrie de masse, la spectrométrie Raman ou la spectrométrie infrarouge, les chromatographies gazeuses associées à des détecteurs sensibles (détecteur à capture d'électrons, spectrométrie de masse, ...), les détecteurs portables de vapeurs. En particulier, dans le cas de la chromatographie gazeuse, il est tout à fait possible d'utiliser les moyens standards tels que les SPME (pour « Solid Phase Micro Extraction » selon la terminologie anglo-saxonne) pour prélever les vapeurs, directement dans le dispositif de concentration chaud en fin de cycle de chauffage du dispositif de concentration.

Présentation d'essais expérimentaux

[0070] Des essais ont été réalisés avec de l'air contenant des vapeurs de DMNB, qui est un

marqueur officiel des compositions explosives commerciales. Préalablement aux essais, les vapeurs de DMNB ont été diluées à une valeur de l'ordre de 0,7 ppbv soit à une concentration de près de 2000 fois moins importante que la pression de vapeur saturante de cette molécule à la température ambiante. Ces vapeurs diluées ont été aspirées au travers du dispositif de concentration décrit dans la présente demande de brevet, orifices de sortie d'air ouverts, à un débit de 150 L/min (9 000 L/h) pendant 10 minutes à 20°C, ce qui représente un volume de gaz prélevé de 1,5 m³(à 0,7 ppbv en DMNB). Trois cages concentriques ont été utilisées comportant toutes un fil chauffant dont la gaine est en PDMS. La longueur totale et cumulée de fil chauffant est de 17 m et chaque fil chauffant présente un diamètre extérieur de 2,1 mm.

- [0071] Après les 10 minutes de prélèvement des vapeurs diluées de DMNB dans le dispositif, les orifices de sortie d'air sont fermés.
- [0072] Puis, le dispositif est positionné dans un four à 200°C avec chauffage à cette même température du fil chauffant par un passage de courant.
- [0073] Lorsque la température de 200°C est atteinte partout, dans ces essais après 4 minutes, une fibre SPME de référence (57300-U, SUPELCO), préalablement activée selon les recommandations du constructeur, est positionnée pendant 3 minutes dans l'orifice OEA. Pendant les 3 minutes la SPME capte passivement les vapeurs concentrées relâchées dans le volume libre de 368 cm³ du dispositif selon l'invention.
- [0074] La SPME est ensuite analysée par un chromatographe en phase gazeuse de marque AGILENT muni d'un détecteur à capture d'électrons. La moyenne des valeurs d'aires obtenue pour les essais effectués est de 2 299 388 UA (unités arbitraires) ce qui représente un rapport signal sur bruit de plus de 200.
- [0075] Les essais ont été réalisés systématiquement après un blanc réalisé dans les mêmes conditions mais sans DMNB de façon à vérifier l'absence d'effet mémoire du dispositif entre chaque essai. La valeur des blancs est d'environ 10 000 UA (unités arbitraires) à chaque fois. Cette valeur est déduite des résultats présentés.
- [0076] Fin de présentation des essais expérimentaux.
- [0077] L'utilisation du dispositif de concentration conforme à l'invention comporte trois grandes étapes.
- [0078] Dans une première étape, le dispositif DC est connecté, orifices de sortie d'air ouverts, à la température ambiante à un dispositif d'aspiration des vapeurs à collecter. Typiquement, un tel dispositif d'aspiration fournit un débit d'air d'environ 150 litres par minute pendant une durée choisie par l'utilisateur allant de quelques secondes à plusieurs heures suivant les besoins de concentration.
- [0079] Dans une seconde étape, le dispositif DC est placé, orifices de sortie d'air fermés, dans un four permettant d'élever la température, par exemple vers 200°C afin de maintenir ses parois externes à cette température et en même temps de fournir le

courant nécessaire pour chauffer le fil chauffer à cette même température. Ceci permet aux molécules précédemment collectées dans la gaine du fil chauffant d'être relâchées dans le volume libre du dispositif DC. Le chauffage est réalisé en quelques minutes. C'est à ce moment que l'analyseur ou le collecteur de vapeurs concentrées (exemple SPME) est positionné au-dessus du dispositif DC pour analyser après aspiration ou collecter les vapeurs concentrées.

[0080] Dans une dernière étape, l'invention est soit maintenue en température chaude avec un débit d'air propre pour évacuer les dernières vapeurs soit refroidie naturellement ou par un débit d'air ambiant propre (par exemple avec un débit d'environ 150 L/min), orifices de sortie d'air ouverts.

Revendications

[Revendication 1]

Dispositif de concentration (DC) de vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air, ledit dispositif comprenant :

- un réceptacle (RCP) comportant un orifice central d'entrée d'air (OEA) ;

- une cage (CG) cylindrique logée dans le réceptacle, ladite cage (CG) comportant :

- une première couronne (PC1) définissant un orifice central (OC1) communiquant avec l'orifice central d'entrée d'air (OEA) du réceptacle (RCP),

- une deuxième couronne (PC2),

- une pluralité de tiges (TG) s'étendant parallèlement entre la première couronne (PC1) et la deuxième couronne (PC2), lesdites tiges étant réparties sur la circonférence desdites couronnes (PC1, PC2), et
 - un fil chauffant (FC) muni d'une gaine (G) soit faite d'un même matériau isolant électriquement, résistant au niveau de température susceptible d'être produit dans le fil chauffant et apte à absorber lesdites vapeurs soit faite d'au moins deux couches réalisées dans des matériaux distincts mais tous résistants au niveau de température susceptible d'être produit dans le fil chauffant, la couche radialement interne étant par ailleurs faite en un matériau isolant électriquement et la couche radialement externe étant par ailleurs faite en un matériau apte à absorber lesdites vapeurs, ledit fil chauffant (FC) étant soit enroulé autour de l'ensemble des tiges (TG) soit tissé avec les tiges (TG) ;

- un couvercle (CVC) pour le réceptacle (RCP), ledit couvercle comportant un ou plusieurs orifice(s) de sortie (OSA, OSA1, OSA2, OSA3) radialement externe(s) par rapport à ladite cage et s'étendant sur le contour périphérique (CPH) de ladite cage.

[Revendication 2]

Dispositif de concentration (DC) des vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air selon la revendication 1, dans lequel lesdites tiges (TG) sont en nombre impair.

[Revendication 3]

Dispositif de concentration (DC) des vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air selon l'une des revendications précédentes, dans lequel lesdites tiges (TG) sont réparties à intervalles réguliers sur la circonférence desdites couronnes (PC1, PC2).

- [Revendication 4] Dispositif de concentration (DC) des vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air selon la revendication précédente, dans lequel la cage (CG) comporte au moins un thermocouple (TC).
- [Revendication 5] Dispositif de concentration (DC) des vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air selon l'une des revendications précédentes, comprenant une cage additionnelle (CG1) cylindrique logée dans le réceptacle, ladite cage additionnelle comportant :
une première couronne (PC11) définissant un orifice central (OC11),
une deuxième couronne (PC12) définissant un orifice central (OC12),
et
une pluralité de tiges (TG10) s'étendant parallèlement entre la première couronne (PC11) et la deuxième couronne (PC12), lesdites tiges étant réparties sur la circonférence desdites couronnes (PC11, PC12),
les orifices centraux (OC11, OC12) desdites couronnes (PC11, PC12) de la cage additionnelle (CG1) présentant un diamètre correspondant au diamètre externe des couronnes (PC1, PC2) de ladite cage (CG),
un fil chauffant (FC10) muni d'une gaine (G10) soit faite d'un même matériau isolant électriquement, résistant au niveau de température susceptible d'être produit dans le fil chauffant et apte à absorber lesdites vapeurs soit faite d'au moins deux couches réalisées dans des matériaux distincts mais tous résistants au niveau de température susceptible d'être produit dans le fil chauffant, la couche radialement interne étant par ailleurs faite en un matériau isolant électriquement et la couche radialement externe étant par ailleurs faite en un matériau apte à absorber lesdites vapeurs, ledit fil chauffant (FC10) étant soit enroulé autour de l'ensemble des tiges (TG10) soit tissé avec les tiges (TG10) de la cage additionnelle (CG1),
le ou chaque orifice de sortie d'air (OSA, OSA1, OSA2, OSA3) du couvercle (CVC) étant radialement externe par rapport à la cage additionnelle (CG1).
- [Revendication 6] Dispositif de concentration (DC) des vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air selon la revendication 5, dans lequel ladite pluralité de tiges (TG10) de la cage additionnelle (CG1) est en nombre impair.
- [Revendication 7] Dispositif de concentration (DC) des vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air selon l'une des revendications 5 ou 6,

- dans lequel lesdites tiges (TG10) de la cage additionnelle (CG1) sont réparties à intervalles réguliers sur la circonférence desdites couronnes (PC11, PC12).
- [Revendication 8] Dispositif (DC) de concentration de vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air selon l'une des revendications 5 à 7, dans lequel la gaine (G10) du fil chauffant (FC10) de la cage additionnelle (CG1) est réalisée en un matériau identique à la gaine (G) du fil chauffant (FC) de ladite cage (CG).
- [Revendication 9] Dispositif (DC) de concentration de vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air selon l'une des revendications 5 à 8, dans lequel la cage additionnelle (CG1) comporte au moins un thermocouple (TC10).
- [Revendication 10] Dispositif (DC) de concentration de vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air selon l'une des revendications 5 à 9, comprenant une autre cage additionnelle (CG2) cylindrique logée dans le réceptacle, ladite une autre cage additionnelle comportant :
- une première couronne (PC21) définissant un orifice central (OC21),
 - une deuxième couronne (PC22) définissant un orifice central (OC22),
 - et
- une pluralité de tiges (TG20) s'étendant parallèlement entre la première couronne (PC21) et la deuxième couronne (PC22), lesdites tiges étant réparties sur la circonférence desdites couronnes, les orifices centraux (OC21, OC22) desdites couronnes (PC21, PC22) de ladite une autre cage additionnelle (CG2) présentant un diamètre correspondant au diamètre externe des couronnes (PC11, PC12) de la cage additionnelle (CG1),
- un fil chauffant (FC20) muni d'une gaine (G20) soit faite d'un même matériau isolant électriquement, résistant au niveau de température susceptible d'être produit dans le fil chauffant et apte à absorber lesdites vapeurs soit faite d'au moins deux couches réalisées dans des matériaux distincts mais tous résistants au niveau de température susceptible d'être produit dans le fil chauffant, la couche radialement interne étant par ailleurs faite en un matériau isolant électriquement et la couche radialement externe étant par ailleurs faite en un matériau apte à absorber lesdites vapeurs, ledit fil chauffant (FC20) étant soit enroulé autour de l'ensemble des tiges (TG20) soit tissé avec les tiges (TG20) de ladite une autre cage additionnelle (CG2), le ou chaque orifice de sortie d'air (OSA, OSA1, OSA2, OSA3) du

- couvercle (CVC) étant radialement externe par rapport à ladite une autre cage additionnelle (CG2).
- [Revendication 11] Dispositif de concentration (DC) des vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air selon la revendication 10, dans lequel lesdites tiges (TG20) de ladite une autre cage additionnelle (CG2) sont en nombre impair.
- [Revendication 12] Dispositif de concentration (DC) des vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air selon l'une des revendications 10 ou 11, dans lequel lesdites tiges (TG20) de ladite une autre cage additionnelle (CG2) sont réparties à intervalles réguliers sur la circonférence desdites couronnes (PC21, PC22).
- [Revendication 13] Dispositif de concentration (DC) des vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air selon l'une des revendications 10 à 12, dans lequel la gaine (G20) du fil chauffant (FC20) de ladite une autre cage additionnelle (CG2) est réalisée en un matériau identique d'une part, à celui de la gaine (G10) du fil chauffant (FC10) de la cage additionnelle (CG1) et d'autre part, à celui de la gaine (G) du fil chauffant (FC) de la cage (CG).
- [Revendication 14] Dispositif de concentration (DC) de vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la surface cumulée de la totalité des sections des orifices de sortie (OSA) est strictement supérieure à la surface de la section de l'orifice central d'entrée d'air (OEA).
- [Revendication 15] Dispositif de concentration (DC) de vapeurs de molécules chimiques contenues dans l'air selon l'une des revendications précédentes, comprenant en outre un moyen (DSQ) d'ouverture/fermeture du (OSA) ou de chaque (OSA1, OSA2, OSA3) orifice de sortie d'air du couvercle.