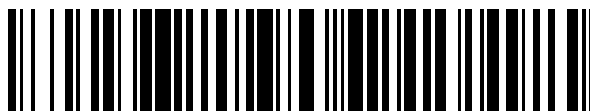


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 686 623**

51 Int. Cl.:

G01N 33/00 (2006.01)

G01N 1/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.12.2013 PCT/EP2013/077538**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.06.2014 WO14096287**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.12.2013 E 13818740 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.06.2018 EP 2936145**

54 Título: **Dispositivo y procedimiento de discriminación de un gas de una muestra**

30 Prioridad:

21.12.2012 FR 1262680

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

18.10.2018

73 Titular/es:

**ANEOLIA (100.0%)
19 rue du Bois de la Remise ZA du Tremblay
91480 Varennes-Jarcy, FR**

72 Inventor/es:

**GOSSE, THIERRY;
LACARRERE, PHILIPPE y
SCHALLER, ERIC**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 686 623 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Dispositivo y procedimiento de discriminación de un gas de una muestra

Campo de la técnica

5 La presente invención se refiere a un dispositivo de prueba de una muestra. También se refiere a un procedimiento llevado a la práctica por este dispositivo.

Estado de la técnica anterior

Son conocidos sistemas de prueba de muestras, por ejemplo para medir el índice de un gas dado en el interior de la muestra o para medir una fuga o un problema de estanqueidad de la muestra.

10 Un problema recurrente de las soluciones del estado del arte es que son demasiado caras, demasiado lentas (tiempo de respuesta típico de una docena de segundos para una medida por infrarrojo de índice de CO₂), o no lo bastante precisas (tamaño mínimo de un agujero de fuga medible de 5 µm con una sobrepresión relativa de 500 mbar, o con un barrido de helio dentro del recinto que ha de medirse).

15 El artículo "Surface adsorption and gas consumption in restricted flow, thermally driven, gas sensors" de Sears W. M. y al., publicado en "semiconductor science and technology" vol. 5, 1 enero de 1990, páginas 45-53, describe un dispositivo que comprende sensores de gas de tipo Taguchi montados dentro de una cámara pequeña con una banda de platino, y que tiene acceso a una atmósfera exterior de manera restringida por intermedio de una estrecha abertura.

20 El documento WO 2008/046420 A1 describe un procedimiento de determinación del volumen de un espacio cerrado. El procedimiento consiste en llenar dicho espacio cerrado con el concurso de un primer gas y en aclarar al menos parcialmente dicho espacio cerrado con el concurso de un segundo gas de composición conocida. El aclarado comprende cierto número de etapas de aclarado sucesivas, en cuyo transcurso se inyectan cantidades conocidas del segundo gas en el espacio cerrado incógnito. Se mide la modificación de concentración, en dicho espacio cerrado incógnito, de un gas de medida presente en el primer gas o presente en el segundo gas antes y después de tal etapa de aclarado. Se calcula el volumen del espacio cerrado incógnito, basándose en la modificación de concentración de dicho gas de medida.

25 El documento US 2011/303019 A1 describe un aparato y un procedimiento de supervisión de una corriente de fluido multifásico circulante por una tubería. El procedimiento comprende las etapas consistentes en: a) obtener un valor de presión de flujo y un valor de temperatura de flujo para la corriente de fluido multifásico en la tubería; b) detectar el flujo de fluido por medio de un caudalímetro de fluido que puede fijarse en el exterior de la tubería, comprendiendo el caudalímetro una red espacial de al menos dos sensores dispuestos en posiciones axiales diferentes a lo largo de la tubería y que generan señales de velocidad de flujo indicativas de una velocidad de la corriente de fluido circulante por la tubería; c) inyectar selectivamente al menos un trazador en la corriente de fluido que pasa por la tubería a un caudal y una concentración de inyección conocidos; d) detectar el trazador en una muestra de la corriente de fluido y generar señales de concentración del trazador indicativas de la concentración del trazador en la corriente de fluido; y e) determinar uno o varios de entre un caudal de componente gaseoso, un caudal de componente aceitoso y un caudal de componente acuoso utilizando uno o varios elementos de entre el valor de presión de flujo, el valor de temperatura de flujo, las señales de velocidad de flujo y las señales de concentración del trazador.

La finalidad de la presente invención es proponer un dispositivo y un procedimiento de prueba de una muestra que tenga al menos una de las ventajas técnicas dentro de las siguientes:

- escaso coste de producción con respecto al estado del arte,
- 40 - gran rapidez de una medida con respecto al estado del arte, y
- gran resolución de medida con respecto al estado del arte.

Explicación de la invención

Este objetivo se logra con un dispositivo y un procedimiento de prueba de una muestra mediante corriente gaseosa según las reivindicaciones 1 y 18, respectivamente.

45 Descripción de las figuras y formas de realización

Otras ventajas y particularidades de la invención se irán poniendo de manifiesto con la lectura de la descripción detallada de puestas en práctica y de formas de realización, en modo alguno limitativas, y de los siguientes dibujos que se acompañan:

- la figura 1 es una vista esquemática de sección de perfil de un dispositivo según la invención, que es la forma de realización preferida de la invención, y en la que se ilustra una corriente de gas cuando este dispositivo está en una posición de análisis de gas por aspiración o en una posición de calibración,

- la figura 2 ilustra esquemáticamente el circuito neumático del dispositivo de la figura 1 en la posición de análisis de gas por aspiración o en la posición de calibración,
 - 5 - la figura 3 es una vista esquemática de sección desde abajo de una parte del dispositivo de la figura 1, y en la que se ilustra una corriente de gas cuando este dispositivo está en la posición de análisis de gas por aspiración o en la posición de calibración,
 - la figura 4 ilustra esquemáticamente el circuito neumático del dispositivo de la figura 1 en una posición de dilución o en otra posición de calibración,
 - 10 - la figura 5 es una vista esquemática de sección de perfil del dispositivo de la figura 1, y en la que se ilustra una corriente de gas cuando este dispositivo está en una posición de detección de fuga por espiración, quedando esta forma de realización fuera del alcance de la presente invención,
 - la figura 6 ilustra esquemáticamente el circuito neumático del dispositivo de la figura 1 en la posición de detección de fuga por espiración, quedando esta forma de realización fuera del alcance de la presente invención,
 - la figura 7 ilustra esquemáticamente el circuito neumático del dispositivo de la figura 1 en una posición de inflado rápido por espiración, quedando esta forma de realización fuera del alcance de la presente invención, y
 - 15 - la figura 8 ilustra esquemáticamente el circuito neumático del dispositivo de la figura 1 en una posición de estallido por espiración, quedando esta forma de realización fuera del alcance de la presente invención.
- Se pasa a describir en primer lugar, con referencia a las figuras 1 a 8, una forma preferida de realización de dispositivo 1 según la invención. El dispositivo 1 es un subconjunto técnico compacto con posibilidad de instalarse en un sistema portátil o integrarse en el seno de una instalación fija.
- 20 El dispositivo 1 es un dispositivo de prueba de una muestra mediante corriente gaseosa.
- El dispositivo 1 comprende un orificio 2. Este orificio 2 es el orificio de entrada del hueco de una aguja hueca, dispuesta en el centro de una ventosa 24 estanca establecida para adosarse contra una muestra 13 (como es un sobre de producto alimenticio o cualquier continente que presenta al menos una superficie flexible de dimensión compatible que puede ser atravesada por una aguja). La ventosa evita recurrir a membranas de estanqueidad para efectuar una
- 25 prueba sin contaminación del aire exterior al continente.
- El dispositivo 1 comprende además unos medios 3 para generar un corriente de gas 25 (gas de análisis, gas de dilución, gas de fuga, gas de calibración) dentro del dispositivo 1 a lo largo de al menos un camino de flujo que pasa por el orificio 2, por un caudalímetro másico 4, y por una válvula 8 llamada válvula de selección.
- 30 La válvula 8 es una válvula de más de dos vías (de entrada o de salida), que tiene varias posibles posiciones. Cada posición de la válvula 8 se corresponde con una configuración específica de apertura para el paso de la corriente gaseosa 25 o de cierre para impedir tal paso entre algunas de las vías de entrada y de salida de la válvula 8.
- La válvula 8 es preferentemente una válvula proporcional (preferentemente de corredera).
- La válvula 8 es, por ejemplo, una válvula realizada a partir de un electroimán de marca Mécaelectro, o también de una válvula Parker.
- 35 El orificio 2 y la válvula 8 son comunes para todos los caminos de flujo. Situado preferentemente en el recorrido de esta parte común de los caminos de flujo, se halla un elemento microporoso de filtración 23.
- El filtro 23 es, por ejemplo, un filtro de PTFE de la firma Millipore o Sartorius.
- Los medios de generación 3 comprenden una turbina o, más generalmente, un generador de corriente reversible de velocidad controlada con el fin de estar servocontrolada en caudal o en presión, por ejemplo de marca Papst.
- 40 Los medios de generación 3 son reversibles, es decir, se establecen para generar una corriente gaseosa 25 lo mismo en aspiración que en espiración (es decir, en un sentido de flujo opuesto a la aspiración).
- Una válvula 16 y el orificio 2 delimitan los dos extremos de cada uno de los caminos de flujo.
- La válvula 16 es una válvula de más de dos vías (de entrada o de salida), que tiene varias posibles posiciones. Según la posición de la válvula 16, la válvula 16 une los medios de generación 3 con la atmósfera exterior del dispositivo 1 en una primera posición 17, o con una fuente de gas de referencia 19 en una segunda posición 18. La válvula 16 es, por ejemplo, una válvula de marca Bosch o bien Univer.
- 45 El dispositivo 1 comprende al menos un sensor de presión 5, 6, estableciéndose cada sensor de presión 5, 6 para medir una presión P_r de la corriente de gas 25 a lo largo de al menos uno de los caminos de flujo. Más exactamente, la presión P_r medida por cada sensor 5 ó 6 es una presión relativa (respectivamente, depresión o sobrepresión) generada por la corriente 25 (respectivamente aspirada en el dispositivo 1 o espirada del dispositivo 1) con respecto
- 50

a la presión absoluta que se mediría en ausencia de esta corriente 25. Cada sensor 5, 6 es, por ejemplo, un sensor piezorresistivo de marca Honeywell, Freescale, o Sensortronics.

El caudalímetro másico 4 se establece para medir un parámetro representativo del caudal másico de la corriente de gas a lo largo de cada camino de flujo. Este parámetro es típicamente una intensidad eléctrica o una tensión eléctrica, y es preferentemente proporcional al caudal másico de la corriente de gas 25 o relacionado con el caudal másico de la corriente de gas 25 mediante un cálculo programado y/o memorizado en el seno de unos medios de cálculo 7 del dispositivo. Todos los elementos sensoriales y de servocontrol 5, 8, 6, 20, 4, 3, 16 están unidos a los medios de cálculo 7 por una unión eléctrica y/o de transferencia de datos o de mando (enlaces representados en línea de puntos en la figura 2). Los medios de cálculo y de mando 7 tan solo están representados esquemáticamente en la figura 2 para no recargar las demás figuras.

En el presente documento, la palabra “cada” sirve para designar toda unidad (por ejemplo, sensor o camino de flujo) tomada individualmente de un conjunto. Por lo tanto, en el caso en que este conjunto comprende al menos una unidad (es decir, por ejemplo “al menos un sensor” o “al menos un camino de flujo”), existe un caso límite en que el conjunto comprende una sola unidad (es decir, por ejemplo, un solo sensor o un solo camino de flujo) y en que la palabra “cada” designa esta sola unidad.

Los medios de cálculo 7 tan solo comprenden medios técnicos electrónicos y/o de soporte lógico (preferentemente electrónicos), y comprenden una unidad central de ordenador y/o un procesador y/o un circuito analógico o digital dedicado, y/o soporte lógico.

El caudalímetro másico 4 es un caudalímetro másico de conductibilidad térmica.

Típicamente, el caudalímetro másico 4 comprende un elemento calefactor (fuente de calor) y dos sondas de temperatura. El elemento calefactor se encuentra entre las dos sondas de temperatura, de modo que el elemento calefactor y las dos sondas de temperatura se hallen alineados los tres a lo largo del sentido de flujo de la corriente de gas 25 en correspondencia con el caudalímetro másico. El caudalímetro másico 4, dependiendo de la variación de temperatura o de cantidad de calor entre las dos sondas de temperatura que flanquean la fuente de calor, se establece para determinar su parámetro representativo del caudal másico de la corriente de gas 25 que pasa por el caudalímetro 4 (es decir, una masa de gas que pasa por el camino de flujo por unidad de tiempo).

La ventaja de un caudalímetro másico, en particular de conductibilidad térmica, es que tiene un tiempo de respuesta muy rápido. Por lo tanto, va a permitir acceder a un diámetro de agujero de fuga 22 o a una cuantificación de la presencia de un gas de interés con una rapidez de medida muy grande (tiempo típico de respuesta de 3 milisegundos).

El al menos un camino de flujo comprende:

- un camino de aspiración que comienza por el orificio 2 (es decir, la corriente de gas entra en el camino de aspiración por el orificio 2),
- un camino de espiración que termina en el orificio 2 (es decir, la corriente de gas sale del camino de espiración por el orificio 2), y
- un camino de dilución que termina en el orificio 2 (es decir, la corriente de gas sale del camino de dilución por el orificio 2).

Todos estos caminos de flujo son permitidos en el dispositivo 1 según la posición de la válvula 8 y el sentido de la corriente 25 generada por los medios de generación 3. La posición de la válvula 8 y el sentido de la corriente 25 generada por los medios de generación 3 (espiración o aspiración) en un momento dado determina el único (cero o uno de entre el camino de aspiración, el camino de espiración o el camino de dilución) camino de flujo a través del cual fluye la corriente de gas 25 en ese momento por el dispositivo 1.

Todos los caminos de flujo están cerrados.

Para una primera posición 9 de la válvula 8, la válvula 8 está cerrada y la corriente de gas 25 generada por los medios 3 no puede fluir a lo largo de ningún camino de flujo tal como se ha definido anteriormente.

Camino de aspiración

Con referencia a las figuras 1 a 3, para una segunda posición 10 de la válvula 8, y para los medios de generación 3 aspirando la corriente de gas 25, los medios 3 para generar la corriente de gas 25 se establecen para aspirar un gas de análisis con origen en una muestra 13, de modo que este gas de análisis fluye por el dispositivo 1 a lo largo del camino de aspiración.

El gas de análisis comprende, por ejemplo:

- del 0 al 100% de un gas de mezcla que comprende una o varias moléculas (por ejemplo, N₂ y O₂), teniendo cada una de estas moléculas con las demás moléculas del gas de mezcla una desviación de conductibilidad térmica de

como mucho el 10% (preferentemente de como mucho el 5%) para idénticas condiciones de temperatura y de presión (típicamente, para cada par de dos moléculas del gas de mezcla que respectivamente tienen una conductibilidad térmica D_i y D_j para idénticas condiciones de temperatura (temperatura de la corriente 25 en la medida de presión P_r , típicamente 20°C) y de presión (presión de medida P_r), tenemos $\frac{D_i - D_j}{D_i} \leq 10\%$ y $\frac{D_i - D_j}{D_j} \leq 10\%$, e incluso, preferentemente

5 $\frac{D_i - D_j}{D_i} \leq 5\%$ y $\frac{D_i - D_j}{D_j} \leq 5\%$); este umbral, que de manera óptima queda fijado en el 5 ó 10%, también puede ser superior al 10% (20%, 30%, etc.) en otras formas de realización, pero cuanto más elevado vaya siendo este umbral, menos buena será la resolución del dispositivo según la invención; y

- del 0 al 100% de un gas de interés que comprende únicamente una o varias moléculas (por ejemplo, NO_2 y/o CO_2) que tienen entre sí una desviación de conductibilidad térmica inferior o igual al 10% (preferentemente inferior o igual al 5%) para idénticas condiciones de temperatura y de presión (típicamente, para cada par de dos moléculas del gas de interés que respectivamente tienen una conductibilidad térmica C_i y C_j para idénticas condiciones de temperatura (temperatura de la corriente 25 en la medida de presión P_r , típicamente 20°C) y de presión (presión de medida P_r), tenemos $\frac{C_i - C_j}{C_i} \leq 10\%$ y $\frac{C_i - C_j}{C_j} \leq 10\%$, e incluso, preferentemente, $\frac{C_i - C_j}{C_i} \leq 5\%$ y $\frac{C_i - C_j}{C_j} \leq 5\%$). Este umbral, que de manera óptima queda fijado en el 5 ó 10%, también puede ser superior al 10% (20%, 30%, etc.) en otras formas de realización, pero cuanto más elevado vaya siendo este umbral, menos buena será la resolución del dispositivo según la invención. Cada molécula del gas de interés tiene una conductibilidad térmica diferente de la conductibilidad térmica de cada una de las moléculas del gas de mezcla en al menos el 20%, preferentemente en al menos el 30%, para idénticas condiciones de temperatura y de presión (típicamente, para cada molécula del gas de interés que tiene una conductibilidad térmica C_i y para cada molécula del gas de mezcla que tiene una conductibilidad térmica D_i , para idénticas condiciones de temperatura (temperatura de la corriente 25 en la medida de la presión P_r , típicamente 20°C) y de presión (presión de medida P_r), tenemos $\frac{C_i - D_i}{C_i} \geq 20\%$ y $\frac{C_i - D_i}{D_i} \geq 20\%$, e incluso, preferentemente, $\frac{C_i - D_i}{C_i} \geq 30\%$ y $\frac{C_i - D_i}{D_i} \geq 30\%$). Esta diferencia de al menos el 20 ó 30% concurre en la precisión del dispositivo 1, cuanto más elevada sea ésta, más se discriminará el gas de interés y menos se recurrirá a la amplificación electrónica; este umbral, que de manera óptima queda fijado en el 20 ó 30%, también puede ser inferior al 20% en otras formas de realización, pero cuanto más bajo vaya siendo este umbral, menos buena será la resolución del dispositivo según la invención, o más necesaria va a ser una electrónica eficiente para la discriminación, u otros medios técnicos de realización redundantes del dispositivo descrito en otras escalas de medida.

En el seno del dispositivo 1, dicho camino de aspiración se estrangula de manera localizada en correspondencia con un agujero de medida 14. El agujero de medida 14 es un agujero practicado en una placa 15. La placa 15 es típicamente de acero inoxidable. La placa 15 es amovible, en orden a poderla sustituir, típicamente bien en caso de desgaste del agujero 14, o bien para cambiar el tamaño de agujero 14 en el seno del dispositivo 1. El agujero 14 es de dimensión conocida, típicamente de 5 μm a 150 μm de diámetro. El flujo pasa por un segundo agujero 21 de diámetro superior (típicamente del orden de 2 mm) al agujero de medida 14. El espesor de esta placa perforada 15 es un elemento de ajuste de la pérdida de carga perseguida, y es muy inferior al tamaño del orificio 14 microperforado (típicamente, aproximadamente 10 veces inferior).

Este agujero 14 es el paso de menor área de abertura (por unidad de superficie perpendicular a la dirección de la corriente 25) para la corriente de gas 25 por el dispositivo 1 comparado con el resto del conjunto del camino de aspiración e incluso, preferentemente, del camino de espiración y del camino de dilución. Típicamente, todos los sitios del camino de aspiración (e incluso, preferentemente, del camino de espiración y del camino de dilución), a excepción, lógicamente, del propio agujero 14, tienen un área de abertura (por unidad de superficie perpendicular a la dirección de la corriente 25) al menos 5 veces más grande que el área de abertura (por unidad de superficie perpendicular a la dirección de la corriente 25) del agujero 14.

El agujero 14 es de forma circular.

El al menos un sensor de presión 5, 6 comprende un primer sensor de presión 6 (llamado de aspiración) establecido para medir una presión P_r (más exactamente, una depresión, directamente relacionada con la fuerza de aspiración de la turbina 3) del gas de análisis a lo largo del camino de aspiración, preferentemente, aunque sin carácter limitativo, comprendida entre 20 y 500 mbar o más amplia (comprendida entre 4 y 500 mbar o comprendida entre 4 y 1000 mbar o más amplia, según las capacidades de la turbina 3).

El caudalímetro másico 4 se establece para medir el parámetro representativo del caudal másico del gas de análisis a lo largo del camino de aspiración.

Los medios de cálculo 7 se establecen para cuantificar la presencia de un gas de interés en el seno del gas de análisis (siendo típicamente esta presencia cuantificada una proporción en % de gas de interés en el gas de análisis o en moles por litro de gas de análisis o en forma de un volumen de gas de interés, por ejemplo en mililitros), a partir de una medida del parámetro representativo del caudal másico del gas de análisis.

Los medios de cálculo 7 se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés que depende del diámetro del agujero de medida 14. En otras palabras,

si se cambia el diámetro o la anchura del agujero 14 sin indicarlo (mediante un programa, un mando, un botón de reglaje, etc.) al dispositivo 1, el cálculo de proporción o de volumen de gas de interés mediante el dispositivo 1 pasa a ser falso.

5 El primer sensor de presión de aspiración 6 está situado en el recorrido del camino de aspiración entre el orificio 2 y el agujero de medida 14, para una mejor precisión de medidas.

El caudalímetro másico 4 está situado en el recorrido del camino de aspiración de modo que el agujero de medida 14 esté situado en el recorrido del camino de aspiración entre el orificio 2 y el caudalímetro másico 4.

10 De manera experimental, los inventores de la presente invención se han dado cuenta de que se podía lograr una excelente precisión de medida del tamaño de un agujero (por ejemplo, de referencia 14 ó 22) de estrangulamiento en el seno de un flujo haciendo pasar la corriente de gas 25 (típicamente de aire) por este agujero y midiendo el diámetro de este agujero ϕ_{cal} por medio de la siguiente fórmula:

$$\phi_{cal} = X \sqrt[4]{\frac{D_m^2}{P_r}} + Y = X \frac{\sqrt[2]{D_m}}{\sqrt[4]{P_r}} + Y$$

(seguidamente denominada "1ª fórmula") con D_m el parámetro representativo del caudal másico de esta corriente de gas a través de este agujero y P_r la presión de esta corriente de gas, y X e Y, coeficientes numéricos de calibración.

15 En lo que concierne a la medida de D_m , el caudalímetro másico 4 está optimizado para uno o varios tipos de gas que tienen un valor por defecto de conductibilidad térmica (también llamada conductividad térmica). Para gases que tienen una conductibilidad térmica que se desmarca de este valor por defecto, ha de aplicarse un factor de corrección.

20 Por ejemplo, en el caso del caudalímetro másico 4 de marca Honeywell de la serie AWM, el caudal D_m medido por este caudalímetro 4 ha de multiplicarse por un factor de 1 (exento de corrección) si la corriente de gas es aire y/o N_2 y/o O_2 y/o NO y/o CO y ha de corregirse multiplicándolo por un factor de corrección $K_{cal} = 1,35$ si la corriente de gas es una corriente de CO_2 y/o N_2O y/o NO_2 , o un factor $K_{cal} = 0,5$ para He, $K_{cal} = 0,7$ para H_2 , $K_{cal} = 0,95$ para Ar, y $K_{cal} = 1,1$ para CH_4 y/o NH_3 , etc. (remitirse de manera general a la ficha del modelo de caudalímetro 4 utilizado).

25 Consideremos como gas de análisis una mezcla de O_2 y de CO_2 proveniente de la muestra 13 y circulante por el dispositivo 1 a lo largo del camino de aspiración; supongamos que se sabe que estos dos gases componen la mezcla cada uno de ellos con una proporción del 0 al 100%, pero que las proporciones de estos dos gases son desconocidas. Consideremos el caso en que el diámetro real ϕ_r del agujero 14 es de 100 μm .

Si los medios de cálculo 7 calculan, mediante la 1ª fórmula descrita anteriormente, un diámetro del agujero 14 ϕ_{cal} de 100 μm , los medios de cálculo 7 deducen de ello, bien que la proporción de O_2 en la mezcla es del 100%, o bien que la proporción de CO_2 en la mezcla es del 0%, según cuál de estos gases se considere como el gas de interés.

30 Si los medios de cálculo 7 calculan, mediante la fórmula de ϕ_{cal} descrita anteriormente, un diámetro del agujero 14 de 135 μm , los medios de cálculo 7 deducen de ello, bien que la proporción de O_2 en la mezcla es del 0%, o bien que la proporción de CO_2 en la mezcla es del 100%, según cuál de estos gases se considere como el gas de interés.

35 De manera general, si los medios de cálculo 7 calculan, mediante la fórmula de ϕ_{cal} descrita anteriormente, un diámetro del agujero 14 de ϕ_{cal} , los medios de cálculo deducen de ello (mediante una fórmula denominada seguidamente "2ª fórmula") que la proporción de CO_2 en la mezcla es de $\frac{\phi_{cal} - \phi_r}{K_{cal} - 1} \%$ o que la proporción de O_2 en la mezcla es de $100 - \frac{\phi_{cal} - \phi_r}{K_{cal} - 1} \%$ según el gas de interés que se considere, con K_{cal} el factor de corrección del gas de interés según se ha explicado anteriormente ($K_{cal} = 1,35$ en el caso del CO_2).

40 Los medios de cálculo 7 no están obligados a pasar por dos etapas de cálculo del diámetro del agujero 14 (1ª etapa, 1ª fórmula) con posterior deducción de la proporción del gas de interés (2ª etapa, 2ª fórmula), sino que pueden calcular directamente esta proporción en un solo cálculo que combine las dos etapas y, por tanto, las dos fórmulas.

Por lo tanto, los medios de cálculo 7 se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés que preferentemente depende de manera afín de la raíz cuadrada del parámetro D_m representativo del caudal másico.

45 Ocasionalmente, en el caso menos preciso de un desarrollo limitado de la primera fórmula al orden uno, los medios de cálculo 7 se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés que depende de manera afín del parámetro representativo del caudal másico.

De manera general, en el caso de un desarrollo limitado de la primera fórmula al orden Z (con Z un entero mayor o igual que 1), los medios de cálculo 7 se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un polinomio de grado Z del parámetro representativo del caudal másico.

En este contexto, son concebibles dos variantes de la invención, eventualmente combinables en el seno de un mismo dispositivo 1.

En una primera variante, los medios de cálculo 7 se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés además a partir de una medida de presión P_r por el sensor de presión de aspiración:

- 5 - de manera preferente, los medios de cálculo 7 se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés que depende de manera afín de la inversa de la raíz cuarta de la medida de presión por el sensor de presión de aspiración. La proporción o el volumen del gas de interés se calcula típicamente según la fórmula:

10 $A \sqrt[4]{\frac{D_m}{P_r}} + B$ con D_m el parámetro representativo del caudal másico medido por el caudalímetro 4, P_r la presión medida por el sensor de presión de aspiración 6, y A y B, coeficientes numéricos de calibración.

- Eventualmente, se pueden llevar a cabo dos aproximaciones. Por ejemplo, los medios de cálculo 7 se pueden establecer para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés que depende de manera afín de la inversa de la medida de presión por el sensor de presión de aspiración 6. La proporción o el volumen del gas de interés se calcula típicamente según la fórmula:

15 $M \frac{D_m}{P_r} + N$ con D_m el parámetro representativo del caudal másico medido por el caudalímetro 4, P_r la presión medida por el sensor de presión de aspiración 6, M y N, coeficientes numéricos de calibración.

En una segunda variante, no se tiene en cuenta P_r la presión medida por el sensor de presión de aspiración 6 en la fórmula de cálculo de la proporción o del volumen del gas de interés, sino que sirve de disparador ("trigger"): los medios de cálculo 7 se establecen para disparar una cuantificación de la presencia del gas de interés para un valor de la presión medida P_r por el sensor de presión de aspiración 6 correspondiente al valor de referencia de presión de aspiración, estableciéndose los medios de cálculo 7 para cuantificar la presencia del gas de interés a partir de un valor D_m del parámetro representativo del caudal másico, medido simultáneamente a la medida de presión que mide el valor de presión correspondiente al valor de referencia de presión de aspiración. Los medios de cálculo 7 se establecen entonces para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés:

- preferentemente, de acuerdo con la fórmula:

$A^* \sqrt[4]{D_m} + B$ con D_m el parámetro representativo del caudal másico medido por el caudalímetro 4, y A^* y B, coeficientes numéricos de calibración.

- Eventualmente, de acuerdo con la fórmula:

30 $M^* D_m + N$ o cualquier otro polinomio de grado Z de D_m como anteriormente se ha explicado, con D_m el parámetro representativo del caudal másico medido por el caudalímetro 4, y M^* y N, coeficientes numéricos de calibración.

De acuerdo con la invención, todos los factores de calibración A, B, M, N, A^* , M^* , a, b, a^* son memorizados por los medios de cálculo 7 y están definidos anticipadamente, típicamente calibrando el dispositivo 1 con muestras 13 en las proporciones conocidas de diferentes gases o con muestras 13 dotadas cada una de ellas de un agujero de fuga 22 de dimensión conocida.

El valor de cada factor de calibración depende del gas que se considere. Por ejemplo, se puede presuponer un gas de mezcla de O_2 mezclado con un gas de interés de CO_2 , o un gas de mezcla de He mezclado con un gas de interés de $CH_4 + NH_3$, etc.

40 Por lo tanto, el dispositivo 1 comprende una interfaz establecida para definir el gas de mezcla y el gas de interés, y los medios de cálculo 7 se establecen para seleccionar los valores de los factores de calibración en función de los gases de mezcla y de interés definidos.

El camino de aspiración pasa sucesivamente por el orificio 2, el filtro 23, el sensor de presión 5, la válvula 8, el sensor de presión 6, el agujero de medida 14, el sensor de gas 20, el agujero de paso 21, el caudalímetro 4, los medios de generación 3 y la válvula 16.

45 El dispositivo 1 comprende además al menos un sensor 20 establecido para cuantificar la presencia de un gas constituido a partir de una molécula dada cuya conductibilidad térmica no fuera discriminada mediante otro gas o molécula presente.

50 Los medios de cálculo 7 (por ejemplo, en un caso en que el gas de mezcla es O_2 y en que el gas de interés es una mezcla $CO_2 + NO_2$) se establecen además para cuantificar la presencia de una primera molécula de interés (por ejemplo, CO_2 en este caso) del gas de interés que tiene una cierta conductibilidad térmica, comprendiendo para ello el dispositivo 1, en el recorrido del camino de aspiración, al menos un sensor de gas 20 (por ejemplo, sensor de NO_2

5 en este caso, por ejemplo de marca City technology) establecido para cuantificar la presencia (proporción en % o en mol.l⁻¹ o volumen, por ejemplo) de al menos otra molécula de interés (por ejemplo, NO₂ en este caso) que tiene una conductibilidad térmica diferente en como mucho el 10% con respecto a la conductibilidad térmica de la primera molécula de interés para idénticas condiciones de presión y de temperatura, estableciéndose los medios de cálculo 7 para cuantificar la presencia de la primera molécula de interés (CO₂) a partir (simple resta) de una cuantificación de la presencia del gas de interés (CO₂ + NO₂) y de una cuantificación de la presencia de las otras moléculas de interés (NO₂).

Por ejemplo, si se mide:

Proporción del gas de interés CO₂ + NO₂ = 20% del gas de análisis

10 Proporción NO₂ = 5% del gas de análisis

Entonces se deduce de ello:

Proporción del gas de mezcla (O₂) = 100 – Proporción CO₂ + NO₂ = 80% del gas de análisis

Proporción CO₂ = 15% del gas de análisis

15 El sensor 20 está situado en el recorrido del camino de aspiración de modo que el agujero de medida 14 esté situado entre el orificio 2 y el sensor 20. El sensor 20 está situado dentro de una cámara de medida en el recorrido del camino de aspiración entre el agujero de medida 14 y un agujero de paso 21 más ancho que el agujero de medida 14.

El al menos un sensor 20 también puede ser un sensor de O₂, u otro (por ejemplo, un ensamblaje sensor de O₂ y sensor de NO₂), por ejemplo si el gas de mezcla comprende una mezcla de O₂ y de N₂, ello con el fin de discriminar estas dos moléculas.

20 Camino de dilución

Con referencia a la figura 4, para la misma posición (segunda posición 10) de la válvula 8 que el camino de aspiración, y para los medios de generación 3 espirando la corriente de gas 25, los medios 3 para generar la corriente de gas 25 se establecen para espirar un gas de dilución a lo largo del camino de dilución.

25 Por lo tanto, el camino de dilución se corresponde con el camino de aspiración, pero recorrido por la corriente de gas 25 en sentido inverso.

Para el camino de dilución, la válvula 16 se halla en su segunda posición 18 uniendo los medios 3 con la fuente de gas 19. Por lo tanto, el gas de dilución es el gas de referencia de la fuente 19 (que típicamente es un cartucho de gas).

El camino de dilución sirve para aumentar el volumen del gas de análisis de la muestra 13.

Camino de dilución: Ejemplo 1

30 Imaginemos que la muestra 13 tan solo contiene inicialmente como gas inicial una mezcla de CO₂ + NO₂ sin O₂, pero en una cantidad demasiado escasa para poder aspirar esta mezcla en el dispositivo 1 llenando todo el camino de aspiración: entonces, es imposible determinar las proporciones de CO₂ y de NO₂ en tales circunstancias. Si, por el contrario, se inserta en la muestra 13, por el camino de dilución, O₂ proveniente de la fuente 19, entonces la muestra 13 contiene una mezcla de CO₂ + NO₂ + O₂ en una cantidad suficiente para llevar a cabo medidas. Se puede
35 determinar la proporción de CO₂, NO₂ y O₂ previa dilución según se ha descrito anteriormente. Se puede deducir entonces de ello la proporción de CO₂ y de NO₂ antes de la dilución.

Por ejemplo, si se mide:

Proporción CO₂ + NO₂ = 20% del gas de análisis previa dilución

Proporción NO₂ = 5% del gas de análisis previa dilución

40 Entonces se deduce de ello:

Proporción O₂ = 100 – Proporción CO₂ + NO₂ = 80% del gas de análisis previa dilución

Proporción CO₂ = 15% del gas de análisis previa dilución

A saber:

Proporción NO₂ = 25% del gas inicial antes de la dilución

45 Proporción CO₂ = 75% del gas inicial antes de la dilución

Camino de dilución: Ejemplo 2

Imaginemos que la muestra 13 tan solo contiene inicialmente como gas inicial una mezcla de N₂ y de O₂, pero en una cantidad demasiado escasa para poder aspirar esta mezcla en el dispositivo 1 llenando todo el camino de aspiración: entonces, es imposible determinar las proporciones o volúmenes de O₂ y de N₂ en tales circunstancias. Si, por el contrario, se inserta en la muestra 13, por el camino de dilución, CO₂ proveniente de la fuente 19, entonces la muestra 13 contiene una mezcla de CO₂ + N₂ + O₂ en una cantidad suficiente para llevar a cabo medidas. Se puede determinar la proporción de CO₂, N₂ y O₂ previa dilución según se ha descrito anteriormente utilizando el volumen de gas inyectado y el volumen de gas aspirado. Se puede deducir entonces de ello la proporción de O₂ y de N₂ antes de la dilución:

- 5
- estadio inicial: el volumen de gas que se supone contenido es V1 (típicamente, esta problemática se da en entornos cuyo volumen disponible es inferior a 3 ml). Este volumen V1 es desconocido en el estadio inicial. El volumen V1 contiene mayoritariamente N₂ y trazas de O₂ no medibles debido al volumen de gas disponible en el continente.

- Dilución: se procede a una dilución del volumen con 100% de CO₂ mediante inyección de un volumen V2 = 10 ml al menos suficiente para excitar el sensor de O₂ (marca 20). A continuación, el volumen V2 es aspirado nuevamente.

Las proporciones dadas son:

- 15 Mezcla O₂ + CO₂ + N₂ = 1,34 en lugar de 1,35 (referencia N₂ + O₂, aire)

La cantidad de N₂ + O₂ presente en la mezcla diluida es $= (100 - 1,34 \times 100 / 1,35) \times V2 = 0,00296 \times V2 = 0,0296 \text{ ml}$

El volumen de CO₂ contenido en V2 es $V2 - 0,037\% \times V2 = 9,97 \text{ ml}$

La concentración de CO₂ en V2 ha pasado a ser 99,704%

La proporción de O₂ en la mezcla diluida V2 viene dada por el sensor 20 = 0,01%, esto es, 0,001 ml

- 20 La proporción de O₂ en el volumen V1 inicial es $= 0,001 \times 10 / 0,0296 = 3,378\%$

Y de ello se puede deducir el volumen V1: $(100 - 99,704) \times 10 \text{ ml} = 2,96 \text{ ml}$

Camino de espiración

- 25 Con referencia a las figuras 5 y 6, para una tercera posición 11 de la válvula 8, y para los medios de generación 3 espirando la corriente de gas 25, los medios 3 para generar la corriente de gas se establecen para espirar un gas de fuga a lo largo del camino de espiración.

Según la posición de la válvula 16, el gas de fuga (preferentemente O₂ o aire) proviene de la atmósfera exterior o de la fuente 19.

- 30 El al menos un sensor de presión comprende un sensor de presión de espiración 5 establecido para medir una presión P, del gas de fuga a lo largo del camino de espiración, preferentemente, pero sin carácter limitativo, comprendida entre 20 y 500 mbar o más amplia, comprendida entre 4 y 500 mbar o comprendida entre 4 y 1000 mbar y, en cualquier caso, dentro de los límites de la pérdida de carga del circuito neumático y de la resistencia a la presión de los órganos que constituyen la invención.

El caudalímetro másico 4 se establece para medir un parámetro representativo del caudal másico del gas de fuga a lo largo del camino de espiración.

- 35 En una forma de realización fuera del alcance de la presente invención, los medios de cálculo 7 se establecen para determinar el tamaño de un agujero de fuga 22 de la muestra 13 (en la que se inserta el gas de fuga espirado por el dispositivo 1), a partir de una medida del parámetro representativo del caudal másico.

El sensor de presión de espiración 5 está situado en el recorrido del camino de espiración entre el caudalímetro 4 y el orificio 2.

- 40 Los medios de cálculo 7 se establecen para determinar el tamaño del agujero de fuga 22, preferentemente en forma de un cálculo que depende de manera afín de la raíz cuadrada del parámetro representativo del caudal másico (cf. primera fórmula descrita anteriormente).

- 45 Eventualmente, en el caso menos preciso de un desarrollo limitado de la primera fórmula al orden uno, los medios de cálculo 7 se establecen para determinar el tamaño del agujero de fuga 22 en forma de un cálculo que depende de manera afín del parámetro representativo del caudal másico.

De manera general, en el caso de un desarrollo limitado de la primera fórmula al orden Z (con Z un entero mayor o igual que 1), los medios de cálculo 7 se establecen para determinar el tamaño del agujero de fuga 22 en forma de un polinomio de grado Z del parámetro representativo del caudal másico.

En este contexto, son concebibles dos variantes, eventualmente combinables en el seno de un mismo dispositivo 1.

En una primera variante, los medios de cálculo 7 se establecen para determinar el tamaño del agujero 22 además a partir de una medida de presión por el sensor de presión de espiración 5, por ejemplo en forma de un cálculo que preferentemente depende de manera afín de la inversa de la raíz cuarta de la medida de presión. Típicamente, los medios de cálculo 7 se establecen para determinar el tamaño del agujero 22 según la fórmula:

$a \sqrt[4]{\frac{D_m}{P_r}} + b$ con D_m el parámetro representativo del caudal másico medido por el caudalímetro 4, P_r la presión medida por el sensor de presión de espiración 5, y A y B , coeficientes numéricos de calibración.

De acuerdo con la invención, se pueden medir entonces diámetros de agujero de fuga 22 típicamente hasta un mínimo de 0,05 μm .

En una segunda variante, no se tiene en cuenta P_r la presión medida por el sensor de presión de espiración 5 en la fórmula de cálculo del tamaño del agujero de fuga 22, sino que sirve de disparador ("trigger"): los medios de cálculo 7 se establecen para disparar una determinación del tamaño del agujero 22 para un valor de la presión medida por el sensor de presión de espiración 5 correspondiente a un valor de referencia de presión de espiración, estableciéndose los medios de cálculo 7 para determinar el tamaño del agujero 22 a partir de un valor del parámetro representativo del caudal másico D_m , medido simultáneamente a la medida de presión que mide el valor de presión correspondiente al valor de referencia de presión de espiración. Los medios de cálculo 7 se establecen por ejemplo para determinar el tamaño del agujero 22 según la fórmula:

$a^* \sqrt[4]{D_m} + b$ con D_m el parámetro representativo del caudal másico medido por el caudalímetro 4, y a^* y b , coeficientes numéricos de calibración.

El camino de espiración se escinde en dos partes que se separan antes del agujero de medida 14 y que confluyen después del agujero de medida 14:

- una primera parte pasa por el agujero de medida 14 (y comprende el sensor 6 y la cámara de medida comprendida entre el agujero de medida 14 y el agujero de paso 21),
- una segunda parte no pasa por el agujero de medida 14, para que el agujero de medida 14 no limite el caudal de la corriente de gas 25 espirada en el camino de espiración.

Por lo tanto, el camino de espiración pasa sucesivamente por la válvula 16, los medios de generación 3, el caudalímetro 4, las dos partes que se separan antes del agujero de medida 14 y que confluyen después del agujero de medida 14, la válvula 8, el sensor de presión 5, el filtro 23 y el orificio 2.

Camino de calibración

El al menos un camino de flujo comprende un camino de calibración que pasa por el orificio 2, que se corresponde con el camino de aspiración o de dilución. Este camino de calibración se estrangula de manera localizada en correspondencia con el agujero de medida 14. Cuando los medios de generación 3 generan una corriente de gas 25 (gas de calibración) en aspiración o en espiración en este camino de calibración sin que el orificio 2 esté conectado a una muestra cerrada 13 (abocando más bien el orificio 2 preferentemente al aire libre), los medios de cálculo 7 se establecen para:

- 1) determinar el tamaño del agujero de medida 14 a partir de una medida del parámetro representativo del caudal másico D_m por el caudalímetro 4, basándose en el mismo principio que la determinación del tamaño de un agujero de fuga 22 descrita anteriormente, y
- 2) ajustar sus coeficientes numéricos (típicamente a , b , a^* , etc.) para el cálculo de un tamaño de un agujero de fuga 22 si su determinación del tamaño ϕ_{cal} del agujero de medida 14 no se corresponde con el tamaño real ϕ_r del agujero de medida 14 memorizado por los medios de cálculo 7,
- 3) y, opcionalmente, reiterar las citadas etapas 1) y 2) hasta que la determinación del tamaño del agujero de medida 14 se corresponda, con un porcentaje de margen de error, con el tamaño real del agujero de medida 14 memorizado por los medios de cálculo.

Camino de cortocircuito

Con referencia a las figuras 7 y 8 que representan formas de realización fuera del alcance de la presente invención, la válvula 8, en su cuarta posición 12, se establece para completar el camino de espiración con un camino de cortocircuito que pasa por el orificio 2 y los medios de generación de corriente 3, pero que no pasa por el caudalímetro 4 (por lo que este camino de cortocircuito no forma parte de los caminos de flujo tal como se han definido anteriormente). La válvula 8 se establece para ajustar el caudal que pasa en total por el camino de espiración y el camino de cortocircuito. Esto permite caudales D_m más grandes y, por tanto, medir otras escalas de diámetro de agujero de fuga 22 o inflar rápidamente la muestra 13 para someter a prueba su solidez hasta estallido por fenómeno

de fatiga o de tensión sucesivos. Los medios de cálculo 7 se establecen para deducir, a partir de una medida de caudal D_m a lo largo del camino de espiración por el caudalímetro másico 4, el caudal que pasa en total por el camino de espiración y el camino de cortocircuito cuando la válvula 8 abre este camino de cortocircuito.

- 5 Típicamente, los medios de cálculo 7 aplican una mera multiplicación, por un coeficiente de calibración, del caudal D_m medido por el caudalímetro másico 4 para obtener el caudal que pasa en total por el camino de espiración y el camino de cortocircuito cuando la válvula 8 abre este camino de cortocircuito. O bien, preferentemente, los medios de cálculo 7 modifican el valor de los coeficientes de calibración a y a^* en la determinación del tamaño del agujero de fuga 22, para tener en cuenta el hecho de que el caudal que pasa en total por el camino de espiración y el camino de cortocircuito es mayor que la medida, por el caudalímetro 4, del parámetro D_m representativo del caudal másico del gas de fuga a lo largo del camino de espiración.

10 A continuación se pasa a describir un ejemplo de procedimiento, cuya secuencia puede ser modificada según la invención, llevado a la práctica por el dispositivo 1 de las figuras 1 a 8. Los tipos de gas citados (O_2 , CO_2 , NO_2 , etc.) tan solo son ilustrativos y, como es lógico, pueden variar.

Dilución

- 15 En primer lugar, antes de la aspiración del gas de análisis, el procedimiento según la invención comprende una espiración (mediante los medios 3) del gas de dilución (CO_2 proveniente de la fuente 19) que fluye a lo largo del camino de dilución hasta dentro de la muestra 13 que comprende un gas inicial (mezcla de CO_2 y NO_2) que comprende preferentemente, aunque no necesariamente, el gas de interés.

Análisis de gas

- 20 Tras la dilución, el procedimiento según la invención comprende una aspiración (mediante los medios 3) del gas de análisis ($O_2 + CO_2 + NO_2$) con origen en la muestra 13, fluyendo dicho gas de análisis aspirado a lo largo del camino de aspiración que comienza por el orificio 2 y se estrangula de manera localizada en correspondencia con el agujero de medida 14.

Durante la aspiración, el procedimiento según la invención comprende simultáneamente:

- 25 - una medida de presión (más exactamente, una depresión de la aspiración, *a priori* negativa pero considerada en valor absoluto a efectos de los cálculos) P_r del gas de análisis a lo largo del camino de aspiración por el sensor 6, preferentemente, aunque sin carácter limitativo, comprendida entre -20 y -500 mbar o más amplia, comprendida entre 4 y 500 mbar o comprendida entre 4 y 1000 mbar o más, según la capacidad de la turbina 3;
- 30 - una medida de un parámetro representativo del caudal másico del gas de análisis a lo largo del camino de aspiración, por el caudalímetro 4.

- El procedimiento según la invención comprende a continuación una cuantificación, por los medios de cálculo 7, de la presencia del gas de interés ($CO_2 + NO_2$) en el seno del gas de análisis ($O_2 + CO_2 + NO_2$), a partir de esta última medida del parámetro representativo del caudal másico: por ejemplo, proporción $CO_2 + NO_2 = 20\%$ del gas de análisis previa dilución. La cuantificación de la presencia del gas de interés comprende un cálculo tal y como se ha descrito para la descripción del dispositivo 1.
- 35

El gas de interés ($CO_2 + NO_2$) comprende del 0 al 100% de una primera molécula de interés (CO_2) que tiene una cierta conductibilidad térmica, y del 0 al 100% de otras moléculas de interés (NO_2) que tienen una conductibilidad térmica diferente en como mucho el 10% con respecto a la conductibilidad térmica de la primera molécula de interés para idénticas condiciones de temperatura y de presión.

- 40 El procedimiento según la invención comprende además (simultáneamente a la medida de presión y del parámetro representativo del caudal másico) una cuantificación de la presencia de las otras moléculas de interés (NO_2) en el seno del gas de análisis ($O_2 + CO_2 + NO_2$) por medio del sensor 20: por ejemplo, proporción $NO_2 = 5\%$ del gas de análisis previa dilución.

- 45 El procedimiento según la invención comprende además una cuantificación de la presencia de la primera molécula de interés (CO_2) en el gas de análisis ($O_2 + CO_2 + NO_2$) a partir de la cuantificación de la presencia del gas de interés ($CO_2 + NO_2$) en el seno del gas de análisis ($O_2 + CO_2 + NO_2$) y de la cuantificación de la presencia de las otras moléculas de interés (NO_2) en el seno del gas de análisis ($O_2 + CO_2 + NO_2$): por ejemplo, proporción $CO_2 = 15\%$ del gas de análisis previa dilución.

- 50 El procedimiento según la invención comprende además una cuantificación de la presencia de la primera molécula de interés (CO_2) en el gas inicial ($CO_2 + NO_2$) a partir de la cuantificación de la presencia de la primera molécula de interés (CO_2) en el seno del gas de análisis ($O_2 + CO_2 + NO_2$) y de la cuantificación de la presencia de las otras moléculas de interés (NO_2) en el seno del gas de análisis ($O_2 + CO_2 + NO_2$): por ejemplo, proporción $CO_2 = 75\%$ del gas inicial.

El procedimiento según la invención comprende además una cuantificación de la presencia de las otras moléculas de interés (NO_2) en el gas inicial ($CO_2 + NO_2$) a partir de la cuantificación de la presencia de la primera molécula de interés

(CO₂) en el seno del gas de análisis (O₂ + CO₂ + NO₂) y de la cuantificación de la presencia de las otras moléculas de interés (NO₂) en el seno del gas de análisis (O₂ + CO₂ + NO₂): por ejemplo, proporción NO₂ = 25% del gas inicial.

Viene a continuación la prueba mecánica de la muestra 13, que queda fuera del alcance de la presente invención.

Calibración de medida de fuga

- 5 Este procedimiento comprende entonces un flujo (generado por los medios 3) de un gas de calibración (preferentemente aire exterior o el gas de la fuente 19) a lo largo del camino de calibración y, simultáneamente a este flujo:
- 1) una medida de presión P_r del gas de calibración a lo largo del camino de calibración por el sensor 5 ó 6, preferentemente, aunque sin carácter limitativo, comprendida entre 20 y 500 mbar o más amplia, comprendida entre 4 y 500 mbar o comprendida entre 4 y 1000 mbar,
 - 10 2) una medida de un parámetro representativo del caudal másico del gas de calibración a lo largo del camino de calibración, por el caudalímetro 4,
 - 3) una determinación del tamaño del agujero de medida 14 a partir de esta última medida del parámetro representativo del caudal másico, por los medios de cálculo 7, y
 - 15 4) un ajuste, por los medios de cálculo 7, de coeficientes de calibración a , a^* , b para el cálculo de un tamaño de un agujero de fuga 22 si la determinación ϕ_{cal} del tamaño del agujero de medida 14 no se corresponde con un tamaño real ϕ_r del agujero de medida 14 memorizado por los medios de cálculo, y
 - 5) facultativamente, una reiteración de las etapas 1 a 4 anteriores.

Medida de fuga

- 20 El procedimiento comprende a continuación una espiración del gas de fuga (preferentemente, aire exterior o el gas de la fuente 19 o un gas trazador que permite localizar la fuga, colorante o mesurable mediante otros medios exteriores) que fluye a lo largo del camino de espiración que termina en el orificio 2.

Durante la espiración, el procedimiento comprende simultáneamente:

- 25 - una medida de presión P_r del gas de fuga a lo largo del camino de espiración por el sensor 5, preferentemente, aunque sin carácter limitativo, comprendida entre 20 y 500 mbar o más amplia, comprendida entre 4 y 500 mbar o comprendida entre 4 y 1000 mbar y, en cualquier caso, dentro de los límites de la pérdida de carga del circuito neumático y de la resistencia a la presión de los órganos que constituyen esta forma de realización fuera del alcance de la presente invención,
- 30 - una medida de un parámetro representativo del caudal másico del gas de fuga a lo largo del camino de espiración, por el caudalímetro 4.

El procedimiento comprende a continuación una determinación, por los medios de cálculo 7, del tamaño del agujero de fuga 22 en la muestra 13, a partir de esta última medida del parámetro representativo del caudal másico.

La determinación del tamaño del agujero de fuga 22 comprende un cálculo tal y como se ha descrito para la descripción del dispositivo 1.

- 35 Si el agujero de fuga 22 es demasiado grande, hay que aumentar el caudal de gas de fuga para buscar la consecución de una presión de consigna. El procedimiento según la invención comprende entonces un ajuste, por la válvula 8 establecida para completar el camino de espiración mediante un camino de cortocircuito que pasa por el orificio y los medios de generación de corriente pero que no pasa por el caudalímetro, del caudal que pasa en total por el camino de espiración y el camino de cortocircuito, abriendo dicha válvula el camino de cortocircuito según una abertura de tamaño regulable.
- 40

El procedimiento comprende entonces una determinación, por los medios 7 y a partir de la medida de caudal a lo largo del camino de espiración, del caudal que pasa en total por el camino de espiración y el camino de cortocircuito cuando la válvula abre el camino de cortocircuito.

- 45 Más concretamente, los medios de cálculo 7 modifican el valor de los coeficientes de calibración a y a^* en la determinación del tamaño del agujero de fuga 22, para tener en cuenta el hecho de que el caudal que pasa en total por el camino de espiración y el camino de cortocircuito es mayor que la medida, por el caudalímetro 4, del parámetro D_m representativo del caudal másico del gas de fuga a lo largo del camino de espiración.

Prueba de resistencia / de estallido

- 50 Después de haber determinado el tamaño del agujero de fuga 22, se fuerza el caudal de gas a un valor acusado, eventualmente con caudal controlado para someter a prueba el estallido de la muestra 13 en una dinámica buscada,

quedando esta forma de realización fuera del alcance de la presente invención.

Se señala cuando en este procedimiento, la muestra 13 puede ser sometida a tensiones mecánicas externas como una sobre-envuelta de embridado, la presión atmosférica, una inmersión en un fluido, etc.

- 5 Se pone de relieve además que las diferentes etapas de este procedimiento se pueden invertir, o llevar a cabo de manera simultánea o ser facultativas. Por ejemplo, la etapa de calibración no es necesaria antes de la medida de fuga. Igualmente, la medida de fuga es completamente independiente del análisis de gas, y la medida de fuga se puede realizar antes del análisis de gas o sin el análisis de gas. En un caso preferente, para ganar tiempo, la medida de fuga se puede realizar simultáneamente a la dilución, preferentemente una vez alcanzada una presión de equilibrio, cumpliendo también el gas de dilución espirado la misión de gas de fuga espirado.

10

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo de prueba (1) de una muestra (13) mediante corriente gaseosa (25), que comprende:
- un orificio (2),
 - unos medios (3) para generar una corriente de gas (25) dentro del dispositivo a lo largo de al menos un camino de flujo que pasa por el orificio,
 - al menos un sensor de presión (5, 6), estableciéndose cada sensor de presión para medir una presión de la corriente de gas a lo largo de al menos un camino de flujo, y
 - un caudalímetro másico (4) establecido para medir un parámetro representativo del caudal másico de la corriente de gas a lo largo de cada camino de flujo,
- dispositivo en el que:
- el al menos un camino de flujo comprende un camino de aspiración que comienza por el orificio,
 - los medios para generar la corriente de gas se establecen para aspirar un gas de análisis, de modo que este gas de análisis fluye a lo largo del camino de aspiración,
 - en el seno del dispositivo, dicho camino de aspiración se estrangula de manera localizada en correspondencia con un agujero de medida (14),
 - el al menos un sensor de presión comprende un sensor de presión de aspiración (6) establecido para medir una presión del gas de análisis a lo largo del camino de aspiración,
 - el caudalímetro másico se establece para medir un parámetro representativo del caudal másico del gas de análisis a lo largo del camino de aspiración, y
 - el dispositivo comprende además unos medios de cálculo (7) establecidos para cuantificar la presencia de un gas de interés en el seno del gas de análisis, a partir de una medida del parámetro representativo del caudal másico del gas de análisis a lo largo del camino de aspiración,
- y caracterizado por que los medios de cálculo se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés que depende del diámetro del agujero de medida.
2. Dispositivo según la reivindicación 1, caracterizado por que el caudalímetro másico es un caudalímetro másico de conductibilidad térmica.
3. Dispositivo según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado por que los medios de cálculo se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un cálculo de una proporción del gas de interés, y por que esta proporción es una proporción en porcentaje de gas de interés en el gas de análisis o en moles por litro de gas de análisis.
4. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el sensor de presión de aspiración está situado en el recorrido del camino de aspiración entre el orificio y el agujero de medida.
5. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el caudalímetro másico está situado en el recorrido del camino de aspiración, de modo que el agujero de medida esté situado en el recorrido del camino de aspiración entre el orificio y el caudalímetro másico.
6. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que los medios de cálculo se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés que depende de manera afín de la raíz cuadrada del parámetro representativo del caudal másico a lo largo del camino de aspiración.
7. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que los medios de cálculo se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés que depende de manera afín del parámetro representativo del caudal másico a lo largo del camino de aspiración.
8. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que los medios de cálculo se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés además a partir de una medida de presión a lo largo del camino de aspiración por el sensor de presión de aspiración.
9. Dispositivo según la reivindicación 8 considerada como dependiente de la reivindicación 6, caracterizado por que los medios de cálculo se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés que depende de manera afín de la inversa de la raíz cuarta de la medida

de presión a lo largo del camino de aspiración por el sensor de presión de aspiración.

10. Dispositivo según la reivindicación 9, caracterizado por que los medios de cálculo se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés según la fórmula:

$$5 \quad A \frac{\sqrt{D_m}}{\sqrt[4]{P_r}} + B$$

con D_m el parámetro representativo del caudal másico, P_r la presión medida por el sensor de presión de aspiración, y A y B, coeficientes numéricos de calibración.

10 11. Dispositivo según la reivindicación 8 considerada como dependiente de la reivindicación 7, caracterizado por que los medios de cálculo se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés que depende de manera afín de la inversa de la medida de presión a lo largo del camino de aspiración por el sensor de presión de aspiración.

12. Dispositivo según la reivindicación 11, caracterizado por que los medios de cálculo se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés según la fórmula:

$$15 \quad M \frac{D_m}{P_r} + N$$

con D_m el parámetro representativo del caudal másico, P_r la presión medida por el sensor de presión de aspiración, M y N, coeficientes numéricos de calibración.

20 13. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que los medios de cálculo se establecen para disparar una cuantificación de la presencia del gas de interés para un valor de la presión a lo largo del camino de aspiración medida por el sensor de presión de aspiración correspondiente a un valor de referencia de presión de aspiración, estableciéndose los medios de cálculo para cuantificar la presencia del gas de interés a partir de un valor del parámetro representativo del caudal másico a lo largo del camino de aspiración medido simultáneamente a la medida de presión que mide el valor de presión correspondiente al valor de referencia de presión de aspiración.

25 14. Dispositivo según la reivindicación 13 considerada como dependiente de la reivindicación 6, caracterizado por que los medios de cálculo se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés según la fórmula:

$$A^* \sqrt{D_m} + B$$

con D_m el parámetro representativo del caudal másico, y A^* y B, coeficientes numéricos de calibración.

30 15. Dispositivo según la reivindicación 13 considerada como dependiente de la reivindicación 7, caracterizado por que los medios de cálculo se establecen para cuantificar la presencia del gas de interés en forma de un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés según la fórmula:

$$M^* D_m + N$$

con D_m el parámetro representativo del caudal másico, y M^* y N, coeficientes numéricos de calibración.

35 16. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que los medios de cálculo se establecen además para cuantificar la presencia de una primera molécula de interés del gas de interés, comprendiendo además el dispositivo, en el recorrido del camino de aspiración, al menos un sensor de gas (20) establecido para cuantificar la presencia de al menos otra molécula de interés del gas de interés, estableciéndose los medios de cálculo para cuantificar la presencia de la primera molécula de interés a partir de una cuantificación de la presencia del gas de interés y de una cuantificación de la presencia de las otras moléculas de interés.

40 17. Dispositivo según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el al menos un camino de flujo comprende un camino de dilución que termina en el orificio, estableciéndose los medios para generar la corriente de gas para espirar un gas de dilución a lo largo del camino de dilución.

18. Procedimiento de prueba de una muestra mediante corriente gaseosa (25), caracterizado por comprender:

45 - una aspiración de un gas de análisis con origen en una muestra (13), fluyendo dicho gas de análisis aspirado a lo largo de un camino de aspiración que comienza por un orificio (2) unido a la muestra, estrangulándose dicho camino de aspiración de manera localizada en correspondencia con un agujero de medida (14),

- una medida de presión del gas de análisis a lo largo del camino de aspiración,
 - una medida de un parámetro representativo del caudal másico del gas de análisis a lo largo del camino de aspiración, y
 - una cuantificación de la presencia de un gas de interés en el seno del gas de análisis, a partir de la medida del parámetro representativo del caudal másico a lo largo del camino de aspiración,
- 5
- caracterizado por que la cuantificación de la presencia del gas de interés comprende un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés que depende del diámetro del agujero de medida.

19. Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado por que la medida de un parámetro representativo del caudal másico es una medida mediante un caudalímetro másico (4) de conductibilidad térmica.
- 10 20. Procedimiento según la reivindicación 18 ó 19, caracterizado por que la cuantificación de la presencia del gas de interés comprende un cálculo de una proporción del gas de interés, y por que esta proporción es una proporción en porcentaje de gas de interés en el gas de análisis o en moles por litro de gas de análisis.

21. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 18 a 20, caracterizado por que la medida de presión se efectúa mediante un sensor de presión de aspiración (6) situado en el recorrido del camino de aspiración entre la muestra y el agujero de medida.
- 15

22. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 18 a 21, caracterizado por que la medida del parámetro representativo del caudal másico se efectúa mediante un caudalímetro másico situado en el recorrido del camino de aspiración, de modo que el agujero de medida esté situado en el recorrido del camino de aspiración entre la muestra y el caudalímetro másico.

- 20 23. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 18 a 22, caracterizado por que la cuantificación de la presencia del gas de interés comprende un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés que depende de manera afín de la raíz cuadrada del parámetro representativo del caudal másico a lo largo del camino de aspiración.

24. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 18 a 22, caracterizado por que la cuantificación de la presencia del gas de interés comprende un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés que depende de manera afín del parámetro representativo del caudal másico a lo largo del camino de aspiración.
- 25

25. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 18 a 24, caracterizado por que la cuantificación de la presencia de un gas de interés se efectúa además a partir de la presión medida a lo largo del camino de aspiración.

26. Procedimiento según la reivindicación 25 considerada como dependiente de la reivindicación 23, caracterizado por que la cuantificación de la presencia del gas de interés comprende un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés que depende de manera afín de la inversa de la raíz cuarta de la medida de presión a lo largo del camino de aspiración.
- 30

27. Procedimiento según la reivindicación 26, caracterizado por que la cuantificación de la presencia del gas de interés comprende un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés según la fórmula:

35

$$A \frac{\sqrt{D_m}}{\sqrt[4]{P_r}} + B$$

con D_m el parámetro representativo del caudal másico, P_r la presión medida, y A y B, coeficientes numéricos de calibración.

28. Procedimiento según la reivindicación 25 considerada como dependiente de la reivindicación 24, caracterizado por que la cuantificación de la presencia del gas de interés comprende un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés que depende de manera afín de la inversa de P_r la presión medida a lo largo del camino de aspiración.
- 40

29. Procedimiento según la reivindicación 28, caracterizado por que la cuantificación de la presencia del gas de interés comprende un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés según la fórmula:

$$M \frac{D_m}{P_r} + N$$

- 45 con D_m el parámetro representativo del caudal másico, P_r la presión medida, M y N, coeficientes numéricos de calibración.

30. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 18 a 24, caracterizado por que la cuantificación de la presencia de un gas de interés se dispara para un valor de la presión medida a lo largo del camino de aspiración

correspondiente a un valor de referencia de presión de aspiración, efectuándose la cuantificación de la presencia de un gas de interés a partir de un valor del parámetro representativo del caudal másico a lo largo del camino de aspiración medido simultáneamente a la medida de presión que mide el valor de presión correspondiente al valor de referencia de presión.

- 5 31. Procedimiento según la reivindicación 30 considerada como dependiente de la reivindicación 23, caracterizado por que la cuantificación de la presencia del gas de interés comprende un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés según la fórmula:

$$A^* \sqrt{D_m} + B$$

con D_m el parámetro representativo del caudal másico, y A^* y B , coeficientes numéricos de calibración.

- 10 32. Procedimiento según la reivindicación 30 considerada como dependiente de la reivindicación 24, caracterizado por que la cuantificación de la presencia del gas de interés comprende un cálculo de una proporción o de un volumen del gas de interés según la fórmula:

$$M^* D_m + N$$

con D_m el parámetro representativo del caudal másico, y M^* y N , coeficientes numéricos de calibración.

- 15 33. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 18 a 32, caracterizado por que el gas de interés comprende:

- del 0 al 100% de una primera molécula de interés, y
- del 0 al 100% de al menos otra molécula de interés,

comprendiendo el procedimiento según la invención, además:

- 20
- una cuantificación de la presencia de las otras moléculas de interés en el seno del gas de análisis por medio de al menos un sensor de gas (20) situado en el recorrido del camino de aspiración, y
 - una cuantificación de la presencia de la primera molécula de interés en el gas de análisis a partir de la cuantificación de la presencia del gas de interés y de la cuantificación de la presencia de las otras moléculas de interés.

- 25 34. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 18 a 33, caracterizado por que el al menos un camino de flujo comprende un camino de dilución que termina en el orificio, y por comprender, antes de la aspiración del gas de análisis, una espiración de un gas de dilución que fluye a lo largo del camino de dilución hasta dentro de la muestra.

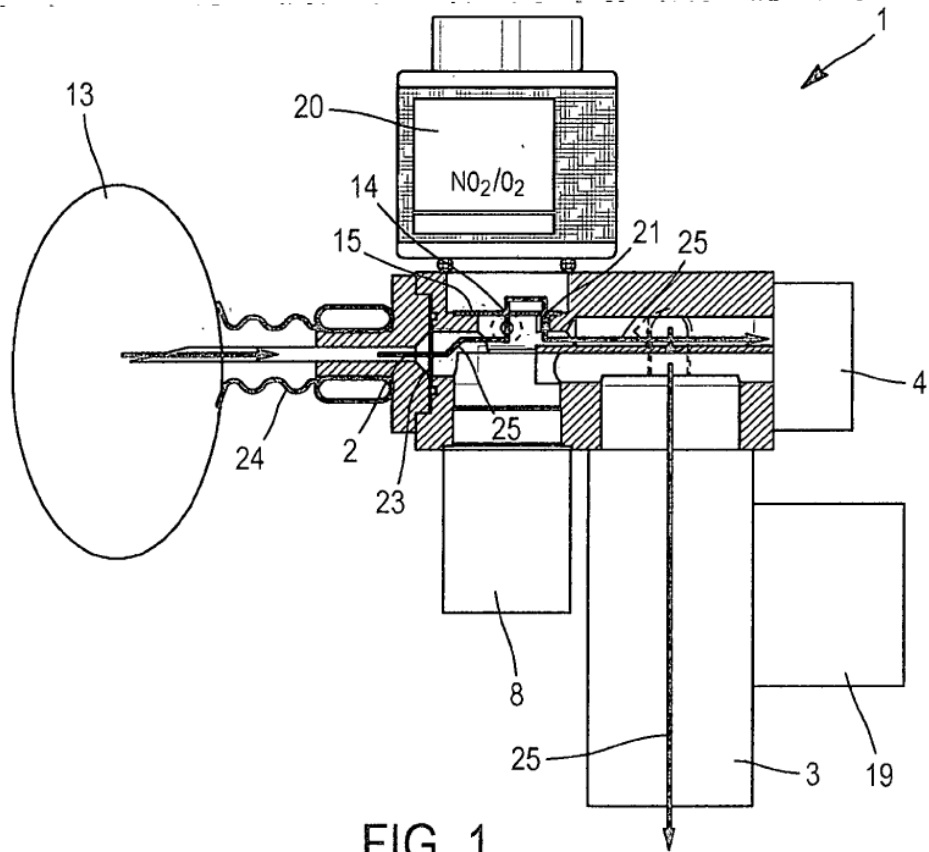


FIG. 1

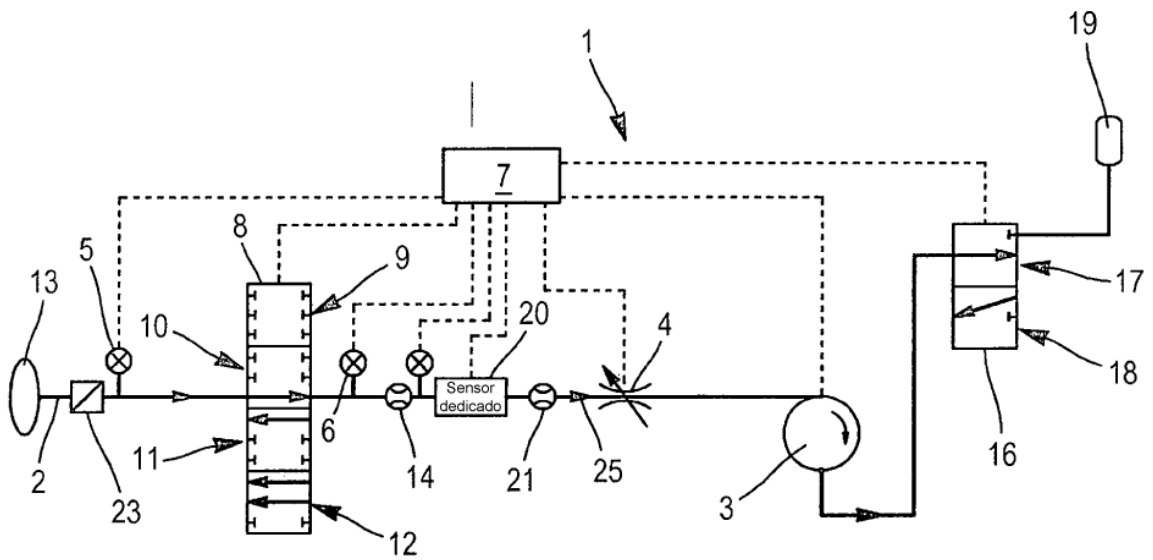


FIG. 2

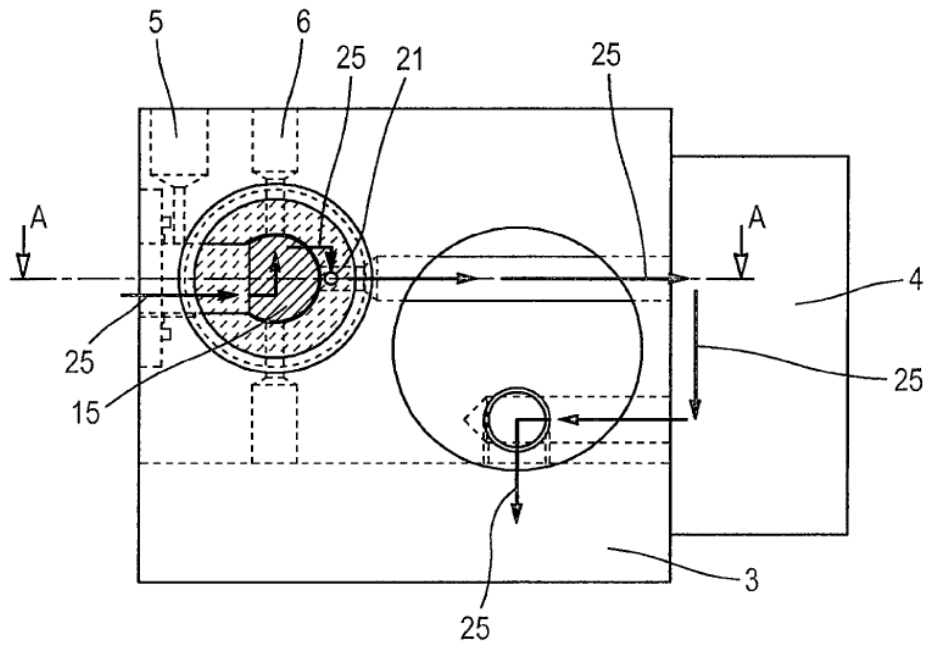


FIG. 3

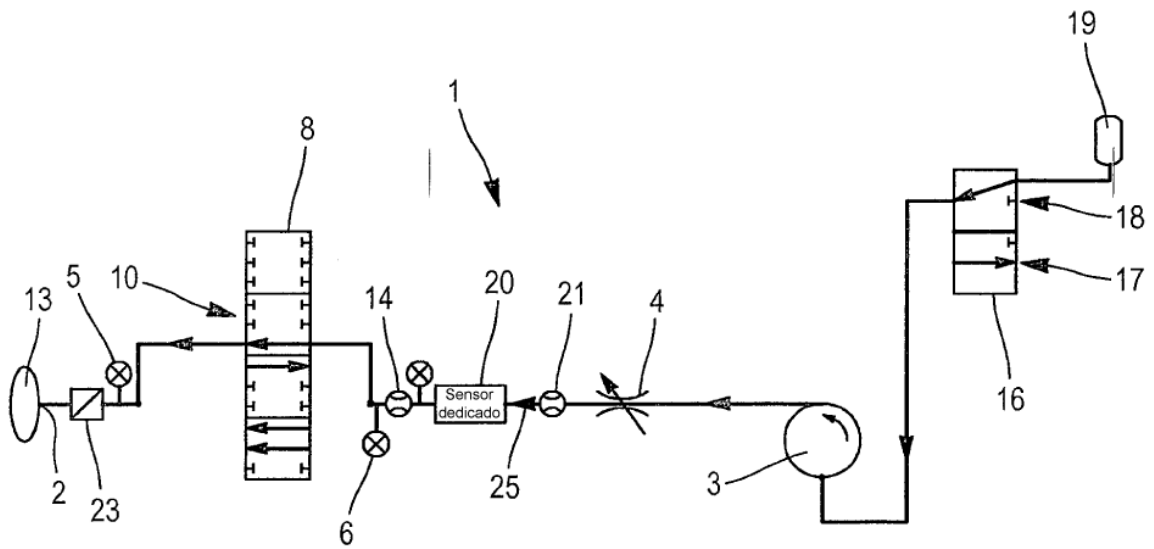


FIG. 4

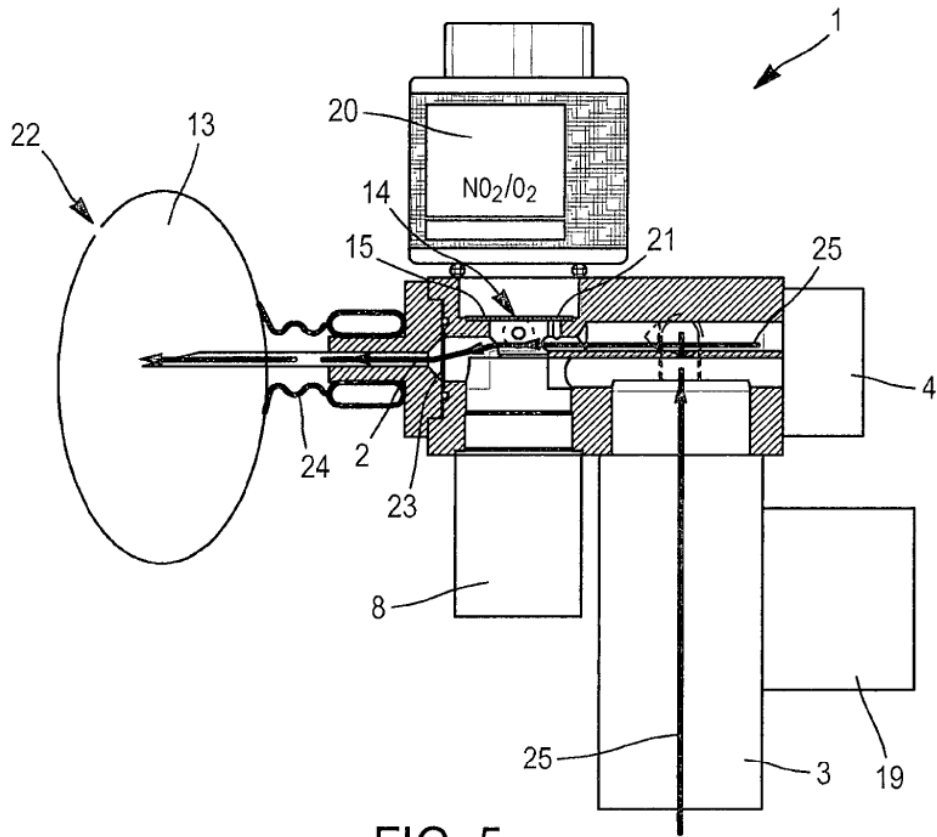


FIG. 5

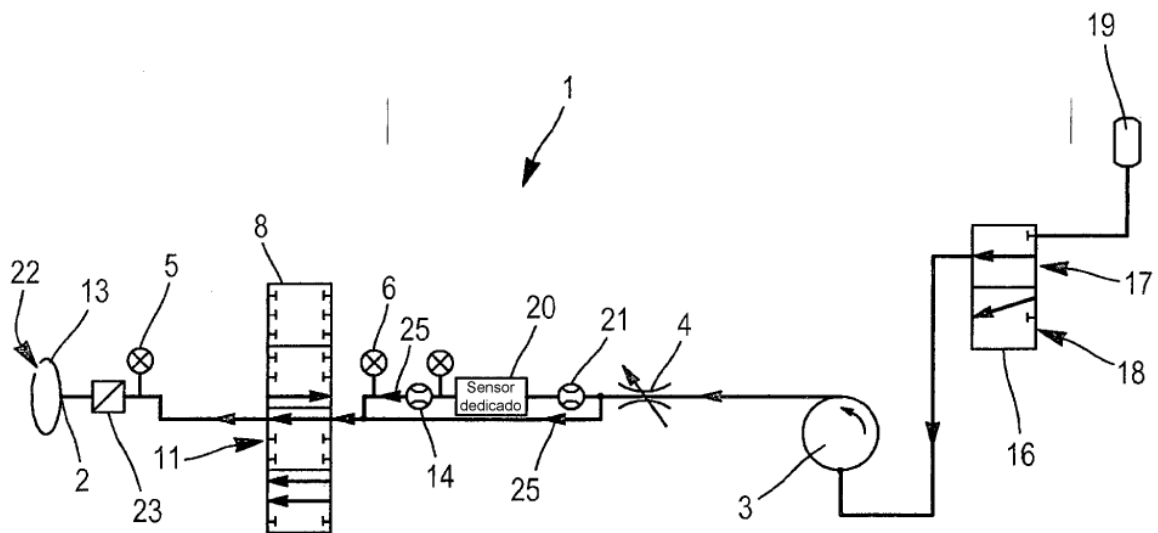


FIG. 6

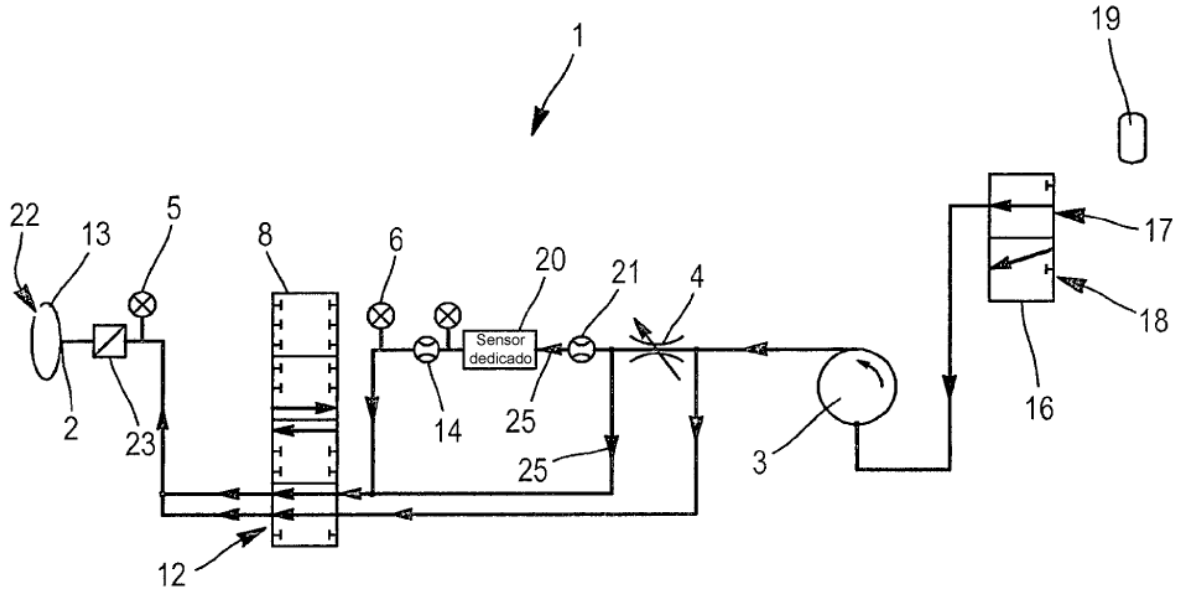


FIG. 7

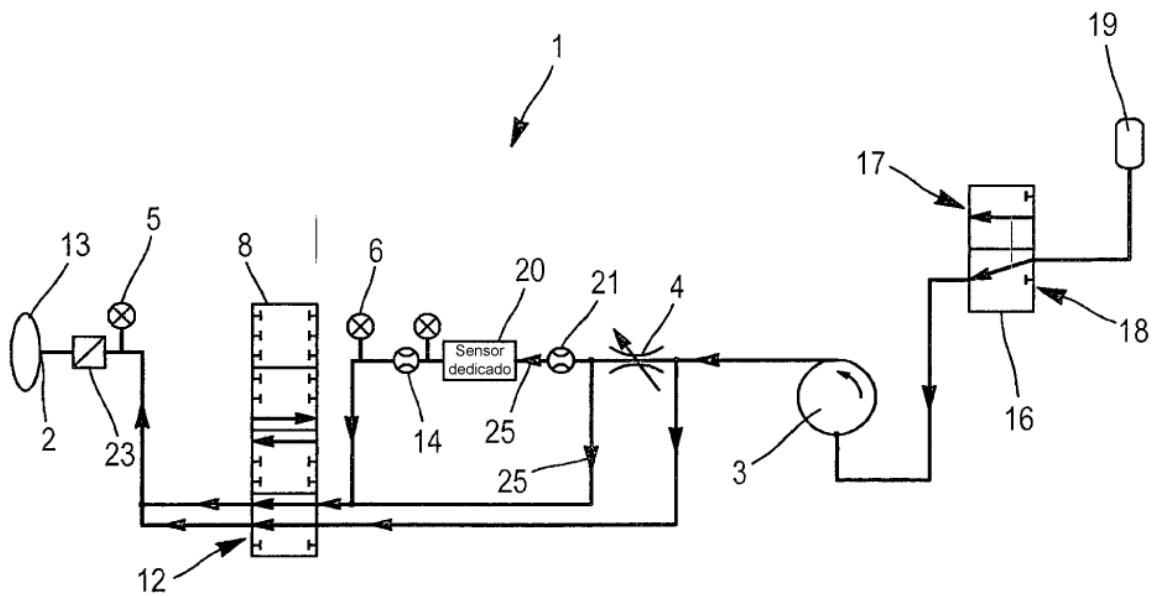


FIG. 8