11) Numéro de publication:

0 179 710

**A1** 

(12)

## DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: 85401988.2

(51) Int. Ci.4: B 01 F 3/02

(22) Date de dépôt: 14.10.85

(30) Priorité: 19.10.84 FR 8416015

43 Date de publication de la demande: 30.04.86 Bulletin 86/18

(84) Etats contractants désignés: AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE ① Demandeur: L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES CLAUDE
75, Quai d'Orsay
F-75321 Paris Cedex 07(FR)

(2) Inventeur: Delacour, Pierre Le Maupat F-38123 Noyarey(FR)

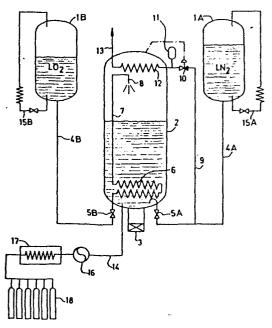
12 Inventeur: Prost, Alain
Domaine Saint-Hugues
F-38120 Saint-Egrève(FR)

74 Mandataire: Jacobson, Claude et al, L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES CLAUDE 75, quai d'Orsay F-75321 Paris Cedex 07(FR)

64) Procédé et appareil d'obtention de corps à bas points d'ébuilition.

(5) Le mélange est réalisé à l'état liquide en introduisant tout d'abord dans un réservoir (2) le corps le plus volatil à l'état liquide, puis en faisant circuler dans un serpentin (6) immergé dans ce liquide l'autre ou chaque autre corps à l'état liquide avant de le faire tomber en pluie dans le réservoir.

Application à l'obtention d'air reconstitué.



"PROCEDE ET APPAREIL D'OBTENTION D'UN MELANGE DE CORPS A BAS POINTS D'EBULLITION"

La présente invention est relative à la production de mélanges de corps à bas points d'ébullition ayant des volatilités différentes. Elle s'applique en particulier à la production d'air reconstitué à partir d'oxygène liquide et d'azote liquide.

Ia production d'air reconstitué s'opère actuellement en évaporant d'une part de l'oxygène liquide, d'autre part de l'azote liquide, puis en mélangeant les deux gaz dans les proportions convenables. Cette technique pose divers problèmes technologiques, notamment lorsque le débit d'air demandé varie dans le temps, pour conserver constante la composition du mélange; elle est relativement coûteuse et nécessite de nombreux contrôles.

L'invention a pour but de fournir une technique plus fiable et plus économique pour produire de tels mélanges. A cet effet, elle a pour objet un procédé pour fournir un mélange à composition déterminée de corps à bas points d'ébullition ayant des volatilités différentes, caractérisé en ce qu'on réalise le mélange en phase liquide en sous-refroidissant par échange de chaleur indirect avec le liquide le plus volatil l'autre ou chacun des autres liquides, puis en effectuant le mélange des liquides dans un réservoir dans les proportions désirées.

De préférence, on introduit tout d'abord dans le réservoir la totalité du liquide le plus volatil, puis on fait circuler l'autre ou chacun des autres liquides dans un échangeur de chaleur indirect immergé dans le liquide contenu dans le réservoir, puis on effectue le mélange.

20

L'invention a également un appareil pour fournir un mélange de corps à bas points d'ébullition et de volatilités différentes, caractérisé en ce qu'il comprend un réservoir de mélange muni d'une part de moyens d'alimentation en liquide le plus volatil, et d'autre part d'une conduite d'alimentation en liquide moins volatil, cette conduite étant reliée, à l'intérieur du réservoir, à l'entrée d'un échangeur de chaleur indirect disposé dans la partie inférieure de ce réservoir, une seconde conduite partant de la sortie de cet échangeur et débouchant dans le réservoir, ce dernier comportant également une conduite de soutirage de liquide partant du fond du réservoir.

Un exemple de réalisation de l'invention va maintenant être 35 décrit en regard du dessin annexé, sur lequel la figure unique représente schématiquement un appareil conforme à l'invention.

man and the second copy days and the

20

25

L'appareil illustré au dessin est destiné à produire de l'air reconstitué. Il comprend essentiellement un récipient lA de stockage d'azote liquide, un récipient lB de stockage d'oxygène liquide, et un réservoir de mélange 2 supporté par une bascule 3.

Une conduite respective 4A, 4B part du fond de chaque récipient 1A, 1B, est équipée d'une électro-vanne 5A, 5B et pénètre dans la partie inférieure du réservoir 2. La conduite 4A se termine à cet emplacement par une crosse librement ouverte, tandis que la conduite 4B se raccorde à l'entrée d'un serpentin 6 d'échange de chaleur monté dans la partie inférieure du réservoir. Un tube vertical 7 s'étend de la sortie du serpentin 5 à la région supérieure du réservoir, où il est pourvu d'une rampe d'aspersion 8.

Une conduite de dérivation 9 est piquée sur la conduite 4A et comporte une électro-vanne de détente 10. A la sortie de celle-ci, la conduite 9 passe par un séparateur de phases 11, puis traverse la région supérieure du réservoir 2 en formant un serpentin condenseur 12, et ressort enfin de ce réservoir par un évent 13.

Le réservoir 2 est encore équipé d'une conduite de soutirage de liquide 14 qui part de son fond.

L'appareil comporte bien entendu les divers accessoires classiques dans la technique du stockage de liquides cryogéniques, par exemple un réchauffeur 15A, 15B de montée en pression associé à chaque récipient 1A, 1B, et des moyens appropriés d'isolation thermique (non représentés).

L'appareil ainsi décrit fonctionne de la manière suivante.

Du liquide est soutiré à un débit quelconque par la conduite 14. Par exemple, on peut le comprimer au moyen d'une pompe 16, le faire passer par un vaporiseur-réchauffeur 17 et utiliser l'air gazeux obtenu pour remplir sous pression des bouteilles 18, notamment en vue d'une utilisation médicale de cet air. En variante, le liquide soutiré pourrait également être directement transvasé dans un récipient cryogénique approprié non représenté, par exemple en vue de produire du froid.

Lorsque le niveau du liquide dans le réservoir 2 atteint un niveau bas prédéterminé, on interrompt le soutirage et on remplit complètement le réservoir. Pour cela, la vanne 5A s'ouvre. De l'azote liquide passe alors par la conduite 4A mais, pendant une phase transitoire de mise en froid, cet azote se vaporise et provoque une

augmentation de pression dans le réservoir 2. Lorsque la pression atteint une valeur prédéterminée, la vanne 10 s'ouvre ; l'azote liquide passe alors par la conduite 9, se détend dans la vanne 10 et parcourt le serpentin 12 en recondensant partiellement la phase vapeur contenue dans le réservoir. La pression diminue donc, et le remplissage en azote liquide se poursuit.

Lorsque la quantité nécessaire d'azote liquide, détectée par la bascule 3 (ou, en variante, par un compteur approprié), a été introduite dans le réservoir, la vanne 5A se ferme et la vanne 5B s'ouvre. De l'oxygène liquide est ainsi admis dans le serpentin 6 et s'y sous-refroidit sensiblement à la température de l'azote liquide. Puis l'oxygène liquide monte dans le tube 7 et retombe en pluie, par la rampe 8, sur le liquide déjà contenu dans le réservoir. Lorsque la quantité nécessaire d'oxygène liquide, détectée par la bascule 3 (ou, en variante, par un compteur approprié) a été introduite, la vanne 5B se ferme et le soutirage de mélange liquide peut reprendre.

10

15

20

25

30

35

Bien entendu, l'appareil est équipé de moyens de commande appropriés pour réaliser les opérations automatiques décrites ci-dessus. Ces moyens de commande sont classiques et n'ont pas besoin d'être décrits plus en détail.

Le sous-refroidissement de l'oxygène liquide par l'azote liquide permet d'effectuer le mélange dans de bonnes conditions. De plus, il produit une ébullition locale sur le serpentin 6, ce qui assure un brassage efficace du mélange. Par ailleurs, l'oxygène liquide sous-refroidi tombant en pluie dissout une partie des vapeurs d'azote produites lors de la phase précédente de remplissage, ce qui contribue encore à l'obtention d'un mélange homogène.

Ainsi, on obtient dans le réservoir 2 un mélange de composition très précise, par exemple 22 % d'oxygène liquide, 78 % d'azote liquide, et on retrouve bien entendu la même composition dans les bouteilles 18. L'influence du phénomène de distillation est négligeable et la composition du mélange reste pratiquement constante pendant tout le soutirage.

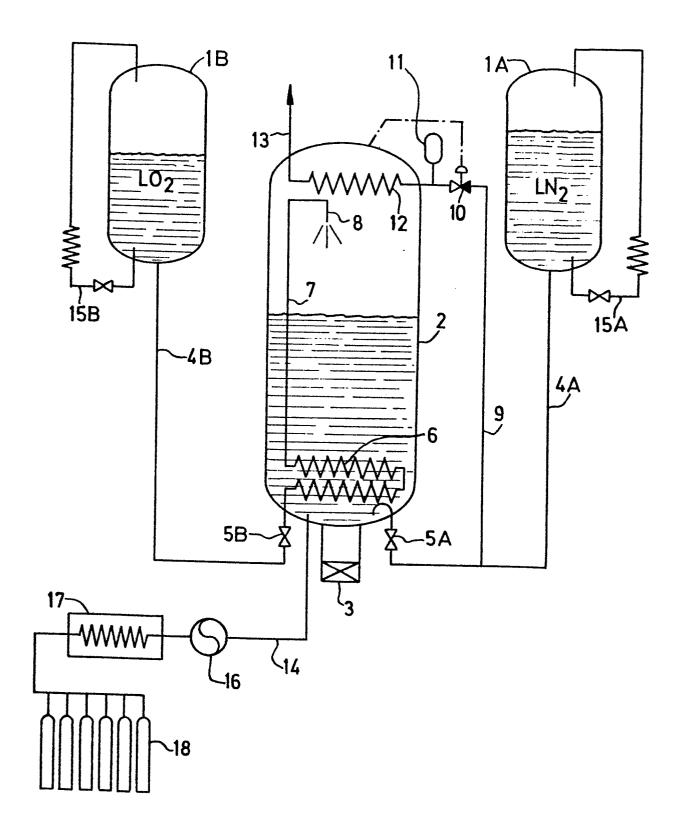
On comprend que l'invention s'applique avantageusement à l'obtention de n'importe quel mélange à composition déterminée de deux ou plusieurs constituants à bas points d'ébullition ayant des volatilités nettement différentes les unes des autres.

THE PARTY OF THE P

20

- 1. Procédé pour fournir un mélange à composition déterminée de corps à bas points d'ébullition ayant des volatilités différentes, caractérisé en ce qu'on réalise le mélange en phase liquide en sous-refroidissant par échange de chaleur indirect avec le liquide le plus volatil l'autre ou chacun des autres liquides, puis on effectue le mélange des liquides dans un réservoir (2) dans les proportions désirées.
- 2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on introduit tout d'abord dans le réservoir (2) la totalité du liquide le plus volatil, puis on fait circuler l'autre ou chacun des autres liquides dans un échangeur de chaleur indirect (6) immergé dans le liquide contenu dans le réservoir, puis on effectue le mélange.
- 3. Procédé suivant la revendication 2, caractérisé en ce que, pour effectuer le mélange, on fait tomber en pluie ledit autre ou chacun des dits autres liquides.
- 4. Procédé suivant l'une des revendications 2 et 3, caractérisé 15 en ce que, pendant l'introduction du liquide le plus volatil, on limite la pression intérieure du réservoir (2) en faisant circuler un courant de ce liquide, après détente, dans un condenseur (12) prévu dans la partie supérieure du réservoir.
- 5. Appareil pour fournir un mélange de corps à bas points d'ébullition et de volatilités différentes, caractérisé en ce qu'il comprend un réservoir de mélange (2) muni d'une part de moyens d'alimentation en liquide le plus volatil, et d'autre part d'une conduite d'alimentation en liquide moins volatil, cette conduite étant reliée, à 25 l'intérieur du réservoir (2), à l'entrée d'un échangeur de chaleur indirect (6) disposé dans la partie inférieure de ce réservoir, une seconde conduite (7) partant de la sortie de cet échangeur et débouchant dans le réservoir, ce dernier comportant également une conduite (14) de soutirage de liquide partant du fond du réservoir.
- 6. Appareil suivant la revendication 5, caractérisé en ce que 30 ladite seconde conduite (7) se termine dans la partie supérieure du réservoir (2) par au moins un orifice d'aspersion (8).
- Appareil suivant l'une des revendications 5 et caractérisé en ce que le réservoir (2) comprend une troisième conduite 35 (12) qui traverse la partie supérieure du réservoir (2) sous la forme d'un échangeur de chaleur indirect (12) et est destinée à être alimentée en agent réfrigérant.

- 8. Appareil suivant l'une quelconque des revendications 5 à 7, caractérisée en ce que lesdits moyens d'alimentation sont reliés au fond d'un premier récipient (lA) destiné à contenir le liquide le plus volatil et ladite conduite d'alimentation au fond d'un second récipient 5 (lB) destiné à contenir un liquide moins volatil.
  - 9. Appareil suivant la revendication 8, caractérisé en ce que ladite troisième conduite (12) est reliée au fond dudit premier récipient (1A) par l'intermédiaire d'une vanne de détente (10).







## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

EP 85 40 1988

atégorie		c indication, en cas de besoin es pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. CI.4)
A	GAZ D'AUJOURD'HU 5, mai 1973, pac FORT: "Réalisati de gaz" * Figures 9,10;	ges 229-242; R. on des mélanges	1,5	B 01 F 3/02
A	FR-A-2 133 330	• ••	1	
A	DE-A-2 645 219 (MESSER-GRIESHE: * Page 2, deuxie	•	1	
A	US-A-2 514 463 * Figures 1,2 *	(BAYERS)	5	
A	US-A-1 757 022	 (SIMONIS)		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. CI 4)  B 01 F
		<b></b>		F 17 C
!				
		·		
Le	présent rapport de recherche a été é	tabli pour toutes les revendications	-	
	Lieu de la recherche LA HAYE Date d'achèvement 16-12		he SCHO	Examinateur OFS G.G.
Y: pa	CATEGORIE DES DOCUMEN' articulièrement pertinent à lui seu articulièrement pertinent en comi utre document de la même catégorière-plan technologique	E : docume date de binaison avec un D : cité dar	ou principe à la ba ent de brevet antér dépôt ou après ce is la demande ur d'autres raisons	ieur, mais publié à la itte date