

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Numéro de publication: **0 375 491 B1**

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication de fascicule du brevet: **13.04.94** (51) Int. Cl.⁵: **C21D 1/74, C21D 1/76, C23C 8/30**

(21) Numéro de dépôt: **89403347.1**

(22) Date de dépôt: **04.12.89**

Le dossier contient des informations techniques présentées postérieurement au dépôt de la demande et ne figurant pas dans le présent fascicule.

(54) **Procédé et installation de traitement thermique de cémentation, carbonitruration ou chauffage avant trempe de pièces métalliques.**

(30) Priorité: **20.12.88 FR 8816792**

(43) Date de publication de la demande: **27.06.90 Bulletin 90/26**

(45) Mention de la délivrance du brevet: **13.04.94 Bulletin 94/15**

(84) Etats contractants désignés: **AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE**

(56) Documents cités:

IRON AND STEEL ENGINEER, vol. 39, no. 8, août 1962, pages 124-134; **R. HERBERT et al.**: "Nitrogen from an air-separation plant as a heat-treating atmosphere"

METAL PROGRESS, vol. 127, no. 6, mai 1985, page 67, Metals Park, Ohio, US; "New products: New air separation technology makes nitrogen for heat treating"

(73) Titulaire: **L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES CLAUDE**
75, Ouai d'Orsay
F-75321 Paris Cédex 07(FR)

(72) Inventeur: **Combier, Alain**
Air Liquide Canada Ltee
1155, Rue Sherbrooke Ouest
Montreal (P.O.) H3A 1H8(CA)
Inventeur: **Ollivier, Patrice**
6, Avenue Adrien Hébrard
F-75016 Paris(FR)
Inventeur: **Viant, Jean-Marc**
11, rue Emile Dubois
F-75014 Paris(FR)

(74) Mandataire: **Le Moenner, Gabriel et al**
L'AIR LIQUIDE, Société Anonyme
pour l'étude et l'exploitation des procédés Georges Claude
75, Ouai d'Orsay
F-75321 Paris Cédex 07 (FR)

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition (art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

STEEL IN THE U.S.S.R., vol. 15, no. 12, décembre 1985, pages 610-611, Londres, GB;
V.M. REBIKOV: "Single-component controlled atmosphere in muffle-less shafttype electric furnaces"

JOURNAL OF HEAT TREATING, vol. 5, no. 2, 1988, pages 97-114, Springer-Verlag, New York Inc., New York, US; J. SLYCKE et al.: "Assessment of nitrogen based atmospheres for industrial heat treating"

"Stealing nitrogen from the air", W. C. Quantz, Advanced Materials and Processes, vol. 134, no. 3, septembre 1988, p. 100-107.

Description

La présente invention concerne les traitements thermiques de cémentation, de carbonituration et de chauffage avant trempe d'aciers visant à assurer un durcissement superficiel de pièces métalliques.

5 Dans le passé, les atmosphères gazeuses utilisées en cémentation, carbonituration et chauffage avant trempe d'aciers étaient le plus souvent produites à partir d'appareils générateurs de gaz de type endothermique.

Un exemple typique de composition d'atmosphère de cémentation est donné ci-dessous :

10

azote (N ₂)	40 %
oxyde de carbone (CO)	19 %
gaz carbonique (CO ₂)	0,3 %
hydrogène (H ₂)	35 %
méthane (CH ₄)	1 %
vapeur d'eau (H ₂ O)	0,6 %
oxygène (O ₂)	traces

15

20 En carbonituration, on utilise des atmosphères semblables, auxquelles on rajoute de l'ammoniac (NH₃) qui permet l'apport d'azote au métal.

Actuellement, une proportion importante d'ateliers de cémentation, de carbonituration ou de chauffage avant trempe d'aciers utilisent des gaz industriels pour la génération de leurs atmosphères, de préférence à la solution des générateurs endothermiques. On élabore alors dans les fours des atmosphères résultant de l'injection de mélange N₂, CH₃OH (méthanol), parfois CH₄, et NH₃ dans le cas de la carbonituration.

25 L'azote peut provenir :

- d'une usine cryogénique située en général loin de l'utilisateur, et dans ce cas il est livré sous forme gazeuse (bouteilles comprimées) ou liquide (stockage liquide et vaporisation avant utilisation).
- d'un générateur non cryogénique placé directement chez le client, qui est soit un générateur par adsorption connu sous la dénomination de "PSA", soit un générateur par perméation gazeuse, ou à

30

"membranes" par exemple, ce qui conduit à une économie intéressante par rapport à l'azote d'origine cryogénique, mais aussi à des problèmes liés à une relative impureté du gaz produit, en particulier parce que la teneur en oxygène est relativement élevée, généralement de 0,1 à 5 %.

Si l'on ne fait pas de purification complémentaire, l'azote brut produit est donc impur, car il contient un peu d'oxygène et des traces d'eau. Pour limiter la quantité d'oxygène et d'eau, il faut abaisser alors le

35

facteur d'extraction du générateur (débit d'azote produit/débit d'air traité), donc sa capacité de production, ce qui se fait évidemment au détriment du prix de revient du gaz traité.

A titre d'exemple, un générateur de type "PSA" présente usuellement les performances suivantes en fonction de la teneur en oxygène dans le gaz produit.

40

Concentration O ₂ (%)	5 %	1 %	0,1 %
Production (m ³ /h)	180	100	35

45 Le document Advanced Materials and Processes, vol. 134, N° 3, septembre 1988, pages 100 à 107, décrit l'utilisation de membranes fournissant de l'azote à 95-96,5 % pour l'élaboration d'atmosphères de traitement thermique dans des fours, l'azote produit transitant par un réservoir-tampon utilisé pour les phases de purge du four.

Cependant, en cémentation, en carbonituration, une concentration résiduelle en oxygène de l'ordre de 2 % dans l'azote utilisé pour les mélanges N₂ - CH₃OH apparaît tout à fait indiqué, car une concentration supérieure impliquerait des problèmes d'obtention d'une atmosphère à fort potentiel carbone sans formation de suie, tandis qu'une concentration inférieure rendrait moins attractif le bilan économique du générateur à adsorption ou perméation.

50

D'autre part, il faut rappeler que la plupart des traitements de cémentation, de carbonituration et de chauffage avant trempe d'aciers ont lieu dans des fours non mouflés, c'est-à-dire à simple paroi de briques réfractaires, sans paroi métallique, ou moufle, en sorte que l'atmosphère intérieure du four est en contact

55

direct avec les briques réfractaires qui constituent l'isolation thermique du four. Or, les briques réfractaires sont elles-mêmes poreuses et se comportent comme des éponges vis-à-vis de l'atmosphère.

Lorsqu'un tel four est en fonctionnement, l'oxygène résiduel se transforme en CO, H₂O et CO₂. L'hydrocarbure additionnel permet notamment de conserver une teneur en H₂O et CO₂ faibles, malgré la présence d'oxygène dans l'azote, à condition que la teneur en oxygène ne soit pas trop élevée. Si ce n'est pas le cas, il faut injecter une teneur en hydrocarbure additionnel qualifiée d'excessive, car elle peut
 5 provoquer des formations de suie, des cémentations hétérogènes, des chutes de la teneur en CO. A la limite, l'obtention d'un haut potentiel carbone dans l'atmosphère peut s'avérer impossible, ce qui est évidemment contraire à un bon traitement.

La teneur maximale d'oxygène compatible avec la majorité des cycles de traitement prévus en cémentation, en carbonituration et en chauffage avant trempe d'aciers est de l'ordre de 2 % dans l'azote.
 10 Dans ce cas, les teneurs résiduelles en H₂O et CO₂ peuvent être contenues à des valeurs faibles, généralement inférieures à 0,6 % pour H₂O et 0,3 % pour CO₂.

Cependant, l'atmosphère formée à l'intérieur du four diffuse dans les briques réfractaires et à l'interface briques/atmosphère, un équilibre est atteint lorsque le four est en fonctionnement continu, mais un problème important subsiste pendant les périodes de non fonctionnement du four. Il est en effet de plus en plus courant que l'atelier de traitement thermique subisse des interruptions de fonctionnement de durées
 15 relativement longues, par exemple pendant le repos de fin de semaine. Dans ce cas, l'atmosphère de traitement n'est bien entendu plus injectée dans le four, non seulement pour des raisons d'économie mais aussi de sécurité, car cette atmosphère est potentiellement explosive (fort taux d'hydrogène et de CO) et toxique (fort taux de CO). Par ailleurs, la température du four est en outre souvent quelque peu abaissée.

Si aucune atmosphère n'est plus injectée dans le four, celui-ci tend à se remplir d'air qui diffuse alors au travers des briques réfractaires. Lorsque le traitement doit être repris, il faut au préalable purger l'air contenu dans le four, ainsi que celui présent dans les briques réfractaires. Cette opération est particulière-
 20 ment coûteuse si l'on utilise, également pour la purge, de l'azote cryogénique à haute pureté, comme décrit dans les documents Iron & Steel Engineer, vol. 39, N° 8, août 1962, pp. 124-134 et Steel in the USSR, vol.
 25 15, N° 12, décembre 1985, pp. 610-611.

Il est donc courant d'essayer plutôt de protéger le four de cette pollution de l'air pendant la période de non-production, et à cet effet, les orifices du four sont obturés et un faible débit d'azote généralement compris entre 1/6 et 1/3 du débit nominal est injecté en permanence dans le four pour y assurer une
 surpression évitant les entrées d'air. Ce mode opératoire est également coûteux.

Si l'azote utilisé provient d'une source cryogénique, la teneur résiduelle en oxygène dans le four et dans les briques réfractaires reste très faible, et le redémarrage du four en production, période dite de
 30 reconditionnement, est alors très courte, généralement de 15 minutes à quelques heures, selon notamment la température du four, mais le coût de revient est également important.

Si l'azote provient d'une autre source et contient par exemple 2 % d'oxygène, valeur compatible avec
 35 le traitement ultérieur et particulièrement économique, le reconditionnement du four peut prendre considéra- blement plus de temps, pénalisant ainsi la productivité de l'installation. En effet, il faudra non seulement purger l'atmosphère intérieure du four, mais aussi l'atmosphère contenue dans les briques réfractaires, opération particulièrement longue, car ces briques se comportant comme des éponges, il est difficile d'y faire diffuser du gaz. De plus, la purge se fait classiquement à partir de l'atmosphère de traitement injectée
 40 à nouveau dans le four. Celle-ci contient notamment une forte teneur en hydrogène. Ce gaz, qui est constitué d'une molécule très "petite" diffuse très rapidement, de sorte que l'hydrogène transforme l'oxygène contenu dans les briques réfractaires en vapeur d'eau, si bien que la teneur en vapeur d'eau ainsi produite atteint 4 % . Cette teneur de 4 % de vapeur d'eau est incompatible avec le traitement ultérieur qui exige des valeurs inférieures à 0,6 % . Il faut donc détruire chimiquement ou purger cette vapeur d'eau. La
 45 purge de la vapeur d'eau est une opération toujours difficile car cette molécule polaire a la propriété de s'adsorber très facilement à la surface des solides. Or, les briques réfractaires, de par leur porosité, ont une surface spécifique très grande.

La destruction chimique de la vapeur d'eau se fait éventuellement par réaction avec un hydrocarbure comme le méthane, mais cette réaction est très lente ou même quasiment inexistante lorsque la
 50 température est inférieure à 600 °C, ce qui est rapidement le cas dans les briques réfractaires, puisqu'il existe un fort gradient de température entre l'intérieur du four et la paroi extérieure du four, dont la température est généralement inférieure à 100 °C dans un four normal.

La présente invention a pour objet de proposer un procédé et une installation permettant d'optimiser les coûts d'utilisation tout en réduisant grandement les coûts d'investissement.

Pour ce faire, le procédé de traitement thermique de cémentation, carbonituration ou chauffage avant
 55 trempe de pièces métalliques, du genre où l'on utilise un mélange gazeux d'appoint à base d'azote, de méthanol, le cas échéant d'ammoniac, pour constituer une atmosphère de traitement dans un four non mouflé, l'azote étant de l'azote brut résultant de la séparation de l'air par un séparateur à adsorption ou

perméation, fournissant en fonctionnement nominal un débit nominal d'azote ayant une teneur résiduelle en oxygène de l'ordre de 2 %, et où une reprise du traitement, après une phase d'interruption de durée significative, est précédée d'une purge par injection d'azote dans le four, est caractérisé en ce que l'azote de purge est fourni, à un débit nettement inférieur au débit nominal, par le séparateur, réglé à un taux d'extraction plus faible, tel que la teneur résiduelle en oxygène dans le débit d'azote de purge est comprise entre 0,1 et 0,3 % .

L'expérience montre qu'une teneur résiduelle en oxygène de l'ordre de 0,1 à 0,3 %, typiquement entre 0,1 et 0,2 %, dans l'azote de purge n'est pas susceptible de former avec l'hydrogène une teneur en vapeur d'eau incompatible avec le traitement ultérieur.

Le procédé selon l'invention présente le double mérite de ne nécessiter aucune autre source de gaz pour la purge et d'assurer cette purge dans des conditions économiques les moins préjudiciables pour le rendement d'exploitation de l'installation de cémentation, carbonitruration, ou chauffage avant trempe.

L'invention concerne également une installation de traitement thermique de cémentation, carbonitruration ou chauffage avant trempe de pièces métalliques, du genre comportant un four de traitement non mouflé, au moins deux sources de constituants à l'état fluide d'élaboration d'une atmosphère de traitement thermique de cémentation ou carbonitruration, parmi lesquelles, pour le constituant azote, un séparateur de l'azote de l'air par adsorption ou perméation sélective, caractérisée en ce qu'elle comporte des moyens de réglage du taux d'extraction de l'azote de production fourni par le séparateur sur au moins deux niveaux, à savoir un niveau élevé à teneur résiduelle en oxygène de l'ordre de 2 % et un niveau bas à teneur résiduelle en oxygène comprise entre 0,1 et 0,3 % .

Des modes de réalisation préférés de cette installation sont l'objet des revendications 3 à 7.

Un exemple schématique de ce type d'installation est donné dans le dessin annexé où l'on précise :

- En marche normale, le débit gazeux produit par le générateur 1 passe par le limiteur de débit 2, une vanne trois voies 3, un débitmètre 4, une seconde vanne trois voies 5, un réservoir-tampon principal 6, et une troisième vanne trois voies 7.
- En marche à débit réduit de purge, lors du reconditionnement du four, le débit gazeux produit passe par le limiteur de débit 2 la vanne trois voies 3, un réducteur de débit 8, le débitmètre 4, la vanne trois voies 5, un réservoir auxiliaire de gaz de purge 9, les vannes trois voies 5 et 7 étant alors positionnées de façon à interdire le passage par le réservoir 6.
- Un stockage d'azote liquide 10, muni de son dispositif de vaporisation 11 et d'un détendeur 12, débouche sur la conduite d'alimentation directement en amont du débitmètre 4 et sert à assurer l'écrêtage des pointes extrêmes et le secours en cas d'arrêt du générateur.
- Les réservoirs-tampon 6 et 9 sont utilisés pour absorber les variations de débit appelé par l'utilisateur, en marche normale ou en marche réduite respectivement. Ils ne sont pas nécessaires si le débit appelé est stable.

On note que les vannes trois voies 3, 5 et 7 peuvent être

- soit opérées manuellement par l'utilisateur en fonction de ses besoins
- soit opérées automatiquement par un dispositif approprié (minuterie, détection de charge du client, ...).

L'installation décrite permet de garantir un débit instantané important grâce au détendeur de secours 12 quelque soit les débits de passage dans les réservoirs 6 et 9.

On constate qu'un seul débitmètre est utilisé, ainsi qu'un seul détendeur et que ce débitmètre reste protégé des surdébits par les réservoirs 6 et 9 placés à l'aval.

Un seul réservoir-tampon pourrait s'avérer suffisant, mais alors il faudrait pouvoir assurer sa purge pendant à peu près le temps nécessaire pour que le générateur passe d'une qualité d'azote normale à une qualité d'azote de purge.

Comme la marche réduite pendant le reconditionnement du four nécessite un peu moins d'air comprimé pour l'alimentation du générateur, l'excès d'air comprimé par rapport à la marche normale est soit mis à l'atmosphère, sans effet d'économie d'énergie, soit le dispositif de mise à vide du compresseur s'enclenche à intervalles réguliers, entraînant une économie d'énergie sensible.

A titre d'exemple, on peut escompter les valeurs suivantes :

teneur en O ₂ dans l'azote	2 %	0,1 %
débit nominal d'un générateur type "PSA" (m ³ /h)	100	25
puissance nominale du générateur type "PSA" (kW)	Pn	90 % Pn

Revendications

1. Procédé de traitement thermique de cémentation, carbonitruration ou chauffage avant trempe de pièces métalliques, du genre où l'on utilise un mélange gazeux d'appoint à base d'azote, de méthanol, le cas échéant d'ammoniac, pour constituer une atmosphère de traitement dans un four non mouflé, l'azote étant de l'azote brut résultant de la séparation de l'air par un séparateur à adsorption ou perméation, fournissant en fonctionnement nominal un débit nominal d'azote ayant une teneur résiduelle en oxygène de l'ordre de 2 %, et où une reprise du traitement, après une phase d'interruption de durée significative, est précédée d'une purge par injection d'azote dans le four, caractérisé en ce que l'azote de purge est fourni, à un débit nettement inférieur au débit nominal, par le séparateur, réglé à un taux d'extraction plus faible, tel que la teneur résiduelle en oxygène dans le débit d'azote de purge est comprise entre 0,1 et 0,3 %
2. Installation de traitement thermique de cémentation, carbonitruration ou chauffage avant trempe de pièces métalliques, du genre comportant un four de traitement non mouflé, au moins deux sources de constituants à l'état fluide d'élaboration d'une atmosphère de traitement thermique de cémentation ou carbonitruration, parmi lesquelles, pour le constituant azote, un séparateur de l'azote de l'air (1) par adsorption ou perméation sélective, caractérisée en ce qu'elle comporte des moyens (2, 8) de réglage du taux d'extraction de l'azote de production fourni par le séparateur sur au moins deux niveaux, à savoir un niveau élevé à teneur résiduelle en oxygène de l'ordre de 2 % et un niveau bas à teneur résiduelle en oxygène comprise entre 0,1 et 0,3 % .
3. Installation selon la revendication 2, caractérisée en ce qu'elle comporte, en parallèle, en aval du séparateur (1), au moins un premier (6) et un second (9) réservoirs-tampons de stockage de volumes d'azote ayant des teneurs en oxygène différentes.
4. Installation selon la revendication 3, caractérisée en ce que le séparateur (1) dessert une conduite de production, incorporant successivement un premier limiteur de débit (2), un second limiteur de débit (8) en parallèle via une vanne trois voies, et le premier réservoir-tampon (6).
5. Installation selon la revendication 4, caractérisée en ce que le deuxième réservoir (9) est placé en parallèle au premier réservoir (6) par des vannes trois voies (5) et (7).
6. Installation selon l'une des revendications 4 ou 5, caractérisée en ce que la conduite de production comporte un débitmètre (4) placé en amont des réservoirs (6) et (9).
7. Installation selon l'une des revendications 4 à 6, caractérisée en ce qu'elle comporte un dispositif d'alimentation d'azote de secours et/ou de pointe de débit, comprenant un stockage d'azote liquide (10), un évaporateur (11), et un détendeur (12), et débouchant dans la conduite de production en amont du premier réservoir (6).

Claims

1. Process for the carburizing, carbonitriding or heating before quenching heat treatment of metal components, of the kind where an extra gaseous mixture based on nitrogen, methanol or, if appropriate, ammonia is used to constitute a treatment atmosphere in a non-muffled furnace, the nitrogen being crude nitrogen resulting from the separation from air by an adsorption or permeation separator, providing, in nominal operation, a nominal nitrogen flow rate having a residual oxygen content of the order of 2 %, and where a repeat of the treatment, after a phase of interruption of significant length, is preceded by a purge by injection of nitrogen into the furnace, characterized in that the purging nitrogen is provided, at a flow rate markedly less than the nominal flow rate, by the separator, adjusted to a lower degree of extraction, such that the residual oxygen content in the purging nitrogen flow rate is between 0.1 and 0.3 %.
2. Plant for the carburizing, carbonitriding or heating before quenching heat treatment of metal components, of the kind comprising a non-muffled treatment furnace, at least two sources of constituents in the fluid state for development of a carburizing or carbonitriding heat treatment atmosphere, among which there is, for the nitrogen constituent, a separator of the nitrogen from the air (1) by selective

adsorption or permeation, characterized in that it comprises means (2, 8) for adjusting the degree of extraction of production nitrogen provided by the separator on at least two levels, namely a high level containing a residual oxygen content of the order of 2 % and a low level containing a residual oxygen content between 0.1 and 0.3 %.

- 5 3. Plant according to Claim 2, characterized in that it comprises, in parallel, downstream of the separator (1), at least one first (6) and one second (9) storage tanks for storing nitrogen volumes having different oxygen contents.
- 10 4. Plant according to Claim 3, characterized in that the separator (1) services a production pipe, incorporating successively a first flow rate limiter (2), a second flow rate limiter (8) in parallel via a three-way valve, and the first storage tank (6).
- 15 5. Plant according to Claim 4, characterized in that the second tank (9) is placed in parallel with the first tank (6) via three-way valves (5) and (7).
6. Plant according to either of Claims 4 or 5, characterized in that the production pipe contains a flow rate meter (4) placed upstream of the tanks (6) and (9).
- 20 7. Plant according to one of Claims 4 to 6, characterized in that it includes a device for supplying stand-by and/or peak-flow nitrogen, comprising a liquid nitrogen storage (10), an evaporator (11) and a pressure reducing valve (12), and emerging into the production pipe upstream of the first tank (6).

Patentansprüche

- 25 1. Verfahren zur Wärmebehandlung von metallischen Werkstoffen, wie Einsatzhärten, Karbonitrieren oder Erwärmen vor dem Härten (Abschrecken), bei dem ein Gasgemisch auf der Basis von Stickstoff, Methanol, vorkommendenfalls Ammoniak, zugeführt wird, um eine Behandlungsatmosphäre in einem Ofen ohne Muffeln zu erzeugen, wobei der Stickstoff roher Stickstoff ist, der aus der Luftzerlegung durch einen Adsorptionsoder Permeationsabscheider stammt, welcher im Nominalbetrieb einen nominalen Stickstoffstrom mit einem Sauerstoffrestgehalt in der Größenordnung von 2% bereitstellt, und bei
30 dem einer Wiederaufnahme der Behandlung nach einer längeren Unterbrechungsphase ein Durchspülen durch Einleiten von Stickstoff in den Ofen vorausgeht, dadurch gekennzeichnet, daß der Spülstickstoff mit einem Strom, der deutlich niedriger ist als der nominale Strom, von dem Abscheider bereitgestellt wird, der auf eine niedrigere Entnahmerate derart eingestellt wird, daß der Sauerstoffrestgehalt in dem Spülstickstoffstrom 0,1 bis 0,3% beträgt.
2. Anlage zur Wärmebehandlung von metallischen Werkstoffen, wie Einsatzhärten, Karbonitrieren oder Erwärmen vor dem Härten (Abschrecken), mit einem Behandlungssofen ohne Muffeln, mit mindestens
40 zwei Quellen, die Bestandteile in flüssigem Zustand zur Herstellung einer Atmosphäre für Wärmebehandlungen wie Einsatzhärten oder Karbonitrieren liefern, von denen die den Bestandteil Stickstoff liefernde Quelle ein Abscheider (1) von Stickstoff aus Luft durch selektive Adsorption oder Permeation ist, dadurch gekennzeichnet, daß sie Einrichtungen (2, 8) zur Einstellung der Entnahmerate des von dem Abscheider gelieferten hergestellten Stickstoffs auf mindestens zwei Werte umfaßt, nämlich einen
45 hohen Wert mit einem Sauerstoffrestgehalt in der Größenordnung von 2% und einen niedrigen Wert mit einem Sauerstoffrestgehalt von 0,1 bis 0,3%.
3. Anlage nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie stromab von dem Abscheider (1) parallel geschaltet mindestens einen ersten (6) und einen zweiten Pufferbehälter (9) zur Speicherung von
50 Stickstoffmengen mit unterschiedlichem Sauerstoffgehalt umfaßt.
4. Anlage nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Abscheider (1) in eine Produktionsleitung mündet, die aufeinanderfolgend einen ersten Durchflußbegrenzer (2), einen über ein 3-Wege-Ventil parallelgeschalteten zweiten Durchflußbegrenzer (8) und den ersten Pufferbehälter (6) umfaßt.
- 55 5. Anlage nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß der zweite Behälter (9) über 3-Wege-Ventile (5) und (7) parallel zu dem ersten Behälter (6) angeordnet ist.

EP 0 375 491 B1

6. Anlage nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Produktionsleitung einen Durchflußmesser (4) umfaßt, der stromauf von den Behältern (6) und (9) angeordnet ist.

5 7. Anlage nach einem der Ansprüche 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine Vorrichtung zur Stickstoffversorgung im Notfall und/oder für den Spitzenbedarf umfaßt, die einen Speicherbehälter (10) für flüssigen Stickstoff, einen Verdampfer (11) und einen Entspanner (12) aufweist und stromauf von dem ersten Behälter (6) in die Produktionsleitung mündet.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

