



(12) DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:  
12.03.1997 Bulletin 1997/11

(51) Int Cl. 6: F17C 3/08, F17C 9/00

(21) Numéro de dépôt: 96401632.3

(22) Date de dépôt: 22.07.1996

(84) Etats contractants désignés:  
BE CH DE DK ES GR IT LI NL PT

(72) Inventeurs:  
• Germain, Jean-Pierre  
78180 Montigny (FR)  
• Gammal, Boris  
92190 Meudon (FR)

(30) Priorité: 24.08.1995 FR 9510052

(74) Mandataire: Vesin, Jacques et al  
L'Air Liquide,  
Service Propriété Intellectuelle,  
75 Quai d'Orsay  
75321 Paris Cedex 07 (FR)

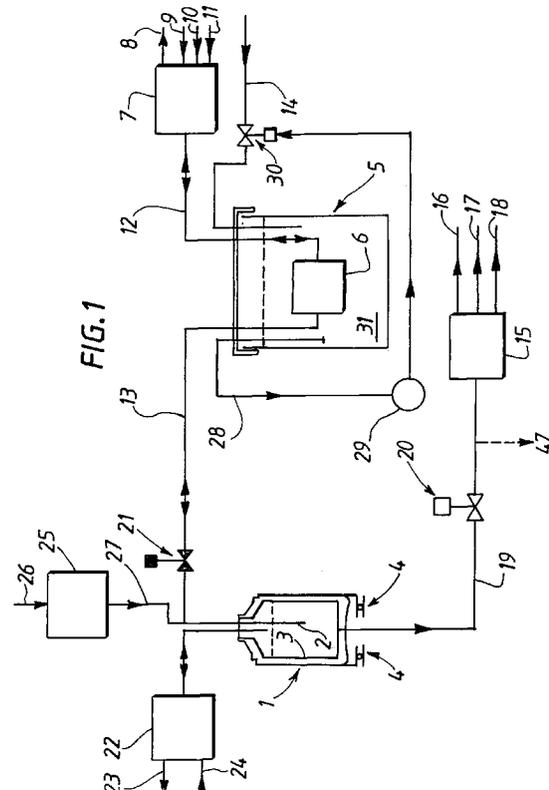
(71) Demandeur: L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME  
POUR  
L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES  
GEORGES CLAUDE  
F-75321 Paris Cédex 07 (FR)

(54) Installation stérilisable de fourniture d'une dose d'un liquide cryogénique

(57) L'invention concerne une installation stérilisable de fourniture d'au moins une dose de liquide cryogénique à un point utilisateur (47) comprenant, le long d'une ligne de transfert de fluide :

- une source (11) d'un premier liquide cryogénique ;
- un réservoir (1), apte à stocker provisoirement dudit premier liquide cryogénique ;
- des moyens de prélèvement (19, 44, 45), de façon continue ou discontinue, dudit premier liquide du réservoir, en vue de l'alimentation du point utilisateur ;

se caractérisant en ce que le réservoir comporte une enveloppe extérieure (36), et une enveloppe intérieure (37) qui comporte notamment plusieurs parties assemblées par soudage, toutes les soudures étant réalisées selon des techniques de soudage réalisant, entre deux parties soudées, une pénétration totale sans recouvrement.



## Description

La présente invention concerne le domaine des procédés et dispositifs de délivrance ou distribution de doses d'un liquide cryogénique (par exemple d'azote liquide).

Elle s'applique à divers domaines de la technique où il est nécessaire de délivrer des doses d'un liquide cryogénique, que ce soit en continu ou de façon discontinue à cadence plus ou moins élevée. Les domaines concernés sont ainsi notamment ceux de l'alimentaire et de la pharmacie.

En considérant l'exemple de l'industrie alimentaire, on peut citer le cas où il est nécessaire de pressuriser des emballages ou récipients ("pressurisation") et/ou d'abaisser la teneur résiduelle en oxygène au dessus du produit qu'ils contiennent ("inertage"), par vaporisation d'azote liquide. C'est par exemple le cas des boîtes métalliques ou bien des bouteilles en plastique utilisées pour le conditionnement des boissons, où l'azote vaporisé est utilisé tant pour inerte la phase gazeuse présente au dessus du liquide conditionné (donc pour prolonger la durée de conservation du produit) que pour éviter l'écrasement du récipient.

Il est alors tout particulièrement délicat d'injecter des doses égales de liquide cryogénique dans des récipients ou emballages qui défilent sur un convoyeur, le plus souvent à une cadence très élevée, pouvant atteindre plusieurs milliers, voire dizaines de milliers de récipients ou emballages par heure. Il est par exemple important que chaque récipient reçoive une dose égale et la plus précise possible de liquide cryogénique, de sorte que la pression interne ne varie pas d'un récipient à l'autre. Si les récipients sont sous-pressurisés ou sur-pressurisés, ils se déformeront facilement : soit lors de leur manipulation, et notamment lors de leur gerbage, soit en raison de la pression interne y régnant.

La Demanderesse a effectué de nombreux travaux sur ce sujet, visant notamment à améliorer les dispositifs de fourniture de débits continus d'azote liquide à un point utilisateur, ou encore de fourniture séquentielle d'une dose de liquide cryogénique à un point utilisateur.

On se reportera notamment aux travaux tels que rapportés dans les documents suivants : FR-A-2.547.017 ; FR-A-2.688.469 ; FR-A-2.696.152 et enfin FR-A-2.713.216.

Ces dispositifs comprennent typiquement :

- une source du liquide cryogénique à délivrer;
- un réservoir, apte à stocker provisoirement de ce liquide cryogénique ;
- des moyens de prélèvement, de façon continue ou discontinue, du liquide du réservoir, en vue de l'alimentation du point utilisateur ;

Par ailleurs, des contraintes de plus en plus strictes en matière d'hygiène sont apparues tant pour les applications du domaine alimentaire que du domaine phar-

maceutique, donnant lieu à des spécifications de plus en plus élevées en termes de polluants, de particules et de bactéries. On a alors songé à opérer des filtrations stérilisantes de l'azote liquide, pour satisfaire à ces contraintes. L'emploi de filtres de porosité inférieure à 0,2 micron, susceptibles d'arrêter des micro-organismes présentant une dimension minimum de 0,3 micron a alors été évoqué (capacité de rétention conforme par exemple aux recommandations de la F. D. A. Américaine). Néanmoins, l'utilisation de tels filtres présentant une porosité aussi faible pose des problèmes techniques dans la mesure où le filtre provoque une très puissante perte de charge dans l'écoulement, et donc une vaporisation de l'azote liquide, réduisant considérablement la phase liquide présente à la sortie du filtre stérilisant.

Un objectif de la présente invention est de pouvoir fournir, à un point utilisateur, des doses d'un liquide cryogénique stérile, que ce soit en continu ou bien de façon séquentielle.

Il apparaît alors nécessaire :

- de pouvoir d'une part stériliser efficacement, et en entraînant une perte de liquide minimum, un liquide cryogénique, mais également
- de concevoir une installation pouvant délivrer des doses stériles, donc susceptible d'être elle-même stérilisée.

Les travaux qu'a poursuivis la Demanderesse sur ce sujet ont démontré qu'en vue d'une stérilisation, le réservoir où est stocké le liquide cryogénique représente un point tout à fait critique de l'installation, difficilement compatible avec l'opération de stérilisation traditionnellement recommandée par la Pharmacopée, telle qu'utilisant un fluide chaud, par exemple un gaz chaud (par exemple de la vapeur d'eau) avec des recommandations de couple [température, temps] à respecter (par exemple le couple 121°C/15 minutes).

Ainsi, par exemple, l'intérieur de ces réservoirs cryogéniques présente toujours une surface relativement irrégulière, avec des joints de soudure ou autres points de renforcement, représentant d'une part des lieux idéaux de piégeage de bactéries, mais également des points de faible résistance au cyclage thermique que doit supporter le réservoir : très basses températures durant les phases de stockage (par exemple -196°C dans le cas de l'azote liquide), et passage à une température élevée lors de la stérilisation sous gaz chaud (par exemple +121°C).

La présente invention propose une solution technique à ce problème complexe, par une installation stérilisable de fourniture d'une dose d'un liquide cryogénique à un point utilisateur, comprenant le long d'une ligne de transfert de fluide :

- une source d'un premier liquide cryogénique ;
- un réservoir, apte à stocker provisoirement du pre-

mier liquide cryogénique ;

- des moyens de prélèvement, de façon continue ou discontinue, du premier liquide du réservoir, en vue de l'alimentation du point utilisateur,

se caractérisant en ce que le réservoir comporte une enveloppe extérieure, et une enveloppe intérieure qui comporte notamment plusieurs parties assemblées par soudage, toutes les soudures correspondantes étant réalisées selon des techniques de soudage réalisant entre deux parties soudées une pénétration totale sans recouvrement.

Comme on l'aura compris à la lecture de ce qui précède, de telles soudures peuvent intervenir selon les cas potentiellement à des localisations très diverses de l'enveloppe intérieure, par exemple entre la virole et les fonds supérieur et inférieur quand le réservoir se compose de trois parties principales virole et fonds, ou au point de raccord entre l'enveloppe intérieure et des moyens d'alimentation et d'extraction du liquide cryogénique dans et de l'enveloppe intérieure, ou bien encore en un point de raccord entre l'enveloppe intérieure et l'enveloppe extérieure.

Les travaux menés à bien par la Demanderesse ont donc permis de démontrer que l'utilisation de telles soudures au niveau de l'enveloppe intérieure du réservoir cryogénique permettaient d'une part, de créer des états de surface suffisamment bons pour éviter la création d'aspérités ou autres nids d'emprisonnement de bactéries, mais également d'offrir des surfaces présentant une excellente résistance aux écarts de température nécessaires pour cette technologie (stockage/stérilisation).

Comme illustré plus loin dans le cadre d'exemples, une telle configuration offre d'excellents résultats en termes d'analyse bactériologique sur le liquide cryogénique ainsi délivré.

De telles soudures pourront par exemple être obtenus selon la technique de soudage par fusion de bords ou encore selon la technique de soudage à pleine section (aussi appelée selon les ouvrages "bout à bout"), techniques par ailleurs bien connues des hommes du soudage et que l'on illustrera plus loin dans le cadre d'exemples. On pourra également se reporter aux ouvrages et publications suivantes : le volume 2 du "Welding Handbook" édité par American Welding Society, 8e édition de 1991, ou bien l'ouvrage "La Soudure à l'Arc Electrique" édité par L'Office Technique Pour l'Utilisation de l'Acier en 1933, ou bien encore l'ouvrage "Procédure Handbook of Arc Welding Design and Practice" édité par The Lincoln Electric Company de Cleveland en 1942..

On entend par l'appellation "dose" selon l'invention, une quantité de liquide cryogénique fournie au point utilisateur, selon les cas en continu ou bien de façon séquencée.

Selon la source de liquide cryogénique dont on dispose, on disposera avantageusement sur la ligne de

fluide, entre la source et le réservoir, un module de filtration, qui comprend :

- un filtre bactériologique apte à être alimenté par la source de premier liquide cryogénique;
- une enceinte pouvant contenir un bain d'un second liquide cryogénique (avantageusement le même que le premier liquide cryogénique à délivrer), enceinte dimensionnée de façon à pouvoir accueillir le filtre en position immergée ;
- un serpentin de recondensation, intercalé entre la source de premier liquide cryogénique à délivrer et l'entrée du filtre, de façon à pouvoir être immergé dans le bain de second liquide cryogénique.

Préférentiellement, l'installation selon l'invention comprendra non seulement ce serpentin de recondensation situé en amont du filtre, mais également un second serpentin de recondensation positionné en aval du filtre, de façon à pouvoir également être immergé dans le bain de second liquide cryogénique. Mais encore plus préférentiellement, l'installation comprendra en plus de ces deux serpentins de recondensation, un moyen de création d'une perte de charge, situé en aval du filtre, de façon à pouvoir également être immergé dans le bain de second liquide cryogénique, le second serpentin de recondensation étant positionné entre le filtre et le moyen de création de la perte de charge.

Ce moyen de création d'une perte de charge est avantageusement constitué d'un tube capillaire.

Comme il apparaîtra clairement à l'homme du métier, le niveau de premier liquide cryogénique dans le réservoir diminue au fur et à mesure que des doses de liquide sont délivrées au point utilisateur. Selon un des modes de réalisation de l'installation selon l'invention, celle-ci comprend alors des moyens de régulation du niveau de premier liquide cryogénique dans le réservoir, comprenant avantageusement des moyens de pesage du réservoir ou bien des jauges de contrainte, ainsi que des moyens permettant le réajustement du niveau du premier liquide cryogénique dans le réservoir en fonction du résultat de la pesée réalisée à l'aide des moyens de pesage ou bien de l'évolution des jauges de contrainte.

Selon une des mises en oeuvre de l'invention, le point utilisateur est un point du type où circulent des récipients ou emballages (par exemple du type alimentaire), devant recevoir une dose du premier liquide cryogénique, l'installation comportant alors des moyens de régulation du débit de premier liquide cryogénique délivré au point utilisateur, la régulation s'effectuant à partir d'au moins l'une des données suivantes :

- la vitesse de passage des récipients au niveau du point utilisateur, ou bien
- une mesure de pression effectuée dans le ciel gazeux du réservoir cryogénique.

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention ressortiront de la description suivante de modes de réalisation donnés à titre illustratif mais nullement limitatif, faite en relation avec les dessins annexés, sur lesquels :

- la figure 1 est une représentation schématique d'une installation conforme à la présente invention ;
- la figure 2 est une représentation schématique d'un module de filtration conforme à la présente invention ;
- la figure 3 est une représentation schématique d'un autre module de filtration conforme à la présente invention ;
- la figure 4 est une représentation schématique en coupe d'un réservoir cryogénique entrant dans la constitution d'une installation suivant l'invention ;
- les figures 5 à 7 sont des illustrations de points de soudures conformes à l'invention intervenant au niveau de l'enveloppe intérieure du réservoir de la figure 4.

La figure 1 schématise une installation conforme à l'invention, comportant à la fois un réservoir cryogénique 1, un module de filtration 5 et plusieurs platines de distribution de fluides (7, 25, 22, 15) dans l'installation.

Plus précisément, la platine 7 fait parvenir du premier liquide cryogénique (par exemple de l'azote liquide), en provenance d'une source 11, via une ligne de transfert de liquide cryogénique sous vide 12, au module de filtration 5 qui sera détaillé plus loin dans le cadre des figures 2 et 3. L'azote liquide y rencontre, en position immergée dans un bain 31 d'un second liquide cryogénique (ici le même liquide que celui de la source 11), un ensemble 6 comportant un filtre bactériologique, un ou plusieurs serpentins de recondensation, et, le cas échéant un moyen de création d'une perte de charge, avant de ressortir, via une ligne de fluide sous vide 13, pour atteindre une vanne d'isolement 21.

On notera sur cette figure que le bain 31 est régulièrement alimenté en liquide cryogénique via une ligne de fluide 14, en fonction du résultat d'un contrôle du niveau du bain 31 (28, 29) qui permet de rétro-agir sur une vanne 30 d'admission de liquide cryogénique dans l'enceinte du module 5.

En aval de la vanne d'isolement 21, le liquide cryogénique (filtré) en provenance du module de filtration 5 atteint un réservoir de stockage cryogénique 1, dont on a symbolisé l'enveloppe intérieure par le chiffre 3.

Du liquide cryogénique est régulièrement extrait du réservoir 1, selon les besoins d'un point utilisateur 47, via la ligne de fluide 19. Le débit de liquide cryogénique prélevé qui atteint le point utilisateur 47 est régulé par une vanne de régulation 20, par exemple en fonction de la vitesse des récipients qui défilent au niveau du point utilisateur 47.

En dehors des fonctions déjà signalées pour la platine 7, les quatre platines fluides 7, 25, 22 et 15, rem-

plissent par exemple les fonctions additionnelles suivantes, liées notamment à l'opération de stérilisation à pratiquer sur tout ou partie de l'installation, plus ou moins régulièrement, selon le cas de chaque utilisateur:

- 5 - la platine 7 permet, en dehors de la délivrance du liquide cryogénique en provenance de la source 11, par exemple de pomper tout ou partie de l'installation via les moyens de pompage 8, d'envoyer dans l'installation de la vapeur d'eau ou un autre fluide chaud pour effectuer la stérilisation de tout ou partie de l'installation (ligne 9), ou encore d'effectuer un balayage de tout ou partie de l'installation par un gaz filtré tel que l'azote (ligne 10);

Ces opérations peuvent, à partir de la platine 7, s'effectuer sur le seul module 5 (en isolant le reste de la ligne par l'organe 21), ou bien dans l'ensemble de l'installation.

- 10 - la platine 15 permet par exemple d'effectuer un pompage de tout ou partie (par exemple du seul réservoir) de l'installation (moyens 16), d'éliminer les condensats formés lors d'une éventuelle opération de stérilisation à la vapeur (ligne 17), ou encore d'évacuer les résidus de liquide cryogénique dans l'installation avant une opération de stérilisation (ligne 18) ;
- 15 - la platine 25 permet par exemple d'envoyer de la vapeur d'eau (ou un autre fluide chaud) par la ligne 26 dans l'installation, par exemple dans une portion située en aval de la vanne d'isolement 21 et incluant donc le réservoir cryogénique 1 et l'organe de régulation 20;
- 20 - la platine 22 permet quant à elle par exemple de souffler un gaz de balayage filtré tel que l'azote dans tout ou partie de l'installation (ligne 24), ou encore de permettre une mise à l'air ou bien une mesure de pression dans le ciel gazeux du réservoir 1, via la ligne 23.

Une opération de stérilisation (par exemple à la vapeur) d'une installation telle que celle de la figure 1 pourra alors typiquement comporter les opérations suivantes :

- 25 - une vidange de l'azote liquide résiduel persistant dans l'installation par un soufflage d'azote gazeux en provenance des platines 22 et/ou 7 (selon les portions de l'installation que l'on souhaite vidanger et stériliser) ;
- 30 - un pompage de tout ou partie de l'installation via les platines 15 et/ou 7 ;
- 35 - une stérilisation à la vapeur à une température donnée et durant un temps déterminé (par exemple en conformité avec la Pharmacopée), via les platines 25 et/ou 7 selon la portion de l'installation que l'on souhaite stériliser ;

- un pompage sous vide de tout ou partie de l'installation pour effectuer un séchage, via les platines 15 et/ou 7. Cette opération de pompage sous vide pourrait être remplacée par une opération de balayage à l'aide d'un gaz sec filtré tel l'azote.

Comme il apparaîtra clairement à l'homme du métier, on pourra effectuer plusieurs séquences successives incluant pompage/stérilisation à la vapeur.

La vanne d'isolement 21 est stérilisable à la vapeur, par exemple du type pneumatique, apte à fonctionner sur des lignes de transfert de fluide sous vide, son ouverture étant par exemple commandée en fonction du taux de remplissage du réservoir cryogénique (donc par exemple en fonction du résultat du pesage, via les moyens 4, du réservoir cryogénique 1).

L'organe de régulation 20 est également stérilisable à la vapeur et possède une ouverture variable permettant de réguler le débit de liquide cryogénique prélevé du réservoir 1 et destiné à alimenter le point utilisateur 47, par exemple en fonction de la vitesse de circulation de récipients au niveau du point 47 ou encore d'une mesure de la pression dans le ciel gazeux de ce même réservoir 1 (mesure de pression par exemple effectuée au niveau de la platine 22). Pour des raisons de simplicité, on n'a pas représenté sur la figure 1 les moyens (calculateur ou encore automate programmable) permettant selon le résultat de la vitesse de circulation de récipients au niveau du point 47 ou encore de la mesure de la pression, de rétroagir sur l'organe 20 pour permettre la variation du débit délivré.

La figure 2 illustre un mode de réalisation du module de stérilisation 5, où le liquide cryogénique arrivant par la ligne de fluide 12, rencontre successivement un serpent de recondensation 34, un filtre 33 (de porosité typiquement inférieure ou égale à 0,2 µm, par exemple un filtre céramique d'alumine frittée tel que proposé par la société US FILTERS), un second serpent de recondensation 32, puis un tube capillaire 35 débouchant à l'extérieur de l'enceinte par la ligne de fluide 13.

Grâce à l'immersion du filtre dans le liquide cryogénique, on assure un échange thermique entre ce liquide et celui qui traverse le filtre, qui réduit considérablement la vaporisation du liquide dans le filtre, et assure alors la production d'une phase liquide prédominante à la sortie du filtre.

La présence du serpent de condensation 32 suivi du capillaire 35 à la sortie du filtre crée une perte de charge propre à assurer l'échange thermique nécessaire à la recondensation dans le serpent d'une éventuelle fraction gazeuse. La perte de charge créée par le tube capillaire qui débouche dans la ligne de transfert vers le réservoir 1, maintient en fait dans le serpent 32 une pression de condensation des vapeurs supérieure à la pression atmosphérique, et donc une température supérieure à celle de l'azote liquide contenu dans le bac. Il s'ensuit alors un échange thermique avec le liquide du bain qui provoque la condensation de l'éventuelle frac-

tion gazeuse produite à la sortie du filtre. Grâce à cette disposition, la sortie du capillaire 35 produit pratiquement exclusivement du liquide.

Pour ce qui est du serpent 34, placé en amont du filtre, il prend en compte en revanche le fait que un réchauffement du liquide cryogénique (par exemple de l'azote liquide) se produisant entre la source 11 et le module de filtration 5, peut provoquer une vaporisation d'une fraction de ce liquide alimentant le filtre. Il est alors utile de recondenser cette fraction avant son entrée dans le filtre de stérilisation. La recondensation sur le serpent 34 s'effectue alors d'une manière analogue à celle déjà décrite dans le cas du système 32 situé en aval du filtre, du fait de la perte de charge établie par le filtre 33 lui-même.

La figure 3 illustre une autre configuration de filtration en géométrie verticale, où le liquide cryogénique rencontre successivement le serpent 34, le filtre 33, un second serpent 32, avant de ressortir de l'enceinte.

La figure 4 illustre un mode de réalisation du réservoir cryogénique 1, où l'on distingue la présence d'une enveloppe extérieure 36 et d'une enveloppe intérieure 37, cette enveloppe intérieure comportant trois parties majeures que sont la virole 40 et les deux fonds supérieur et inférieur 38 et 39. On constate également la présence d'une pièce (ou col) 46 de liaison entre l'enveloppe intérieure et l'enveloppe extérieure, et d'un tube de prélèvement 45 reliant le fond 39 de l'enveloppe intérieure à un serpent (ou lyre) d'évacuation 44.

On a symbolisé par les références 41, 42 et 43, les points de soudure intervenant respectivement entre le fond haut et la virole, la virole et le fond bas, et le joint vertical constituant la fermeture de la virole cylindrique.

On a alors symbolisé par les lettres A, B, C les types de soudure intervenant aux joints 41, 42 et 43, par la lettre D, le type de soudure intervenant entre le fond 38 et le col 46, et par la lettre E, le type de soudure intervenant au point de liaison entre le fond 39 et la pièce d'extraction 45.

La figure 5 schématise alors le type de soudure "à pleine section" ou "bout à bout" utilisé en A, B, C et E (les couples (X, Y) de parties soudées pouvant être alors représentés par les couples de pièces (38, 40), (40, 39), ou encore (40, 40) pour le joint vertical 43).

On peut citer à titre d'illustration des conditions d'obtention des soudures "bout à bout" A/41 et B/42, utilisant une technique TIG Automatique sous un mélange à base d'argon (intensité : 50 A, tension : 10 V), avec à titre de métal d'apport un alliage X2CrNi19-9 de 1,2 mm d'épaisseur, avec une protection gazeuse périphérique d'azote.

Toujours à titre illustratif de soudure "bout à bout", on peut citer les conditions principales d'obtention de la soudure C/43, utilisant une technique TIG Automatique sous un mélange à base d'argon (intensité : 60 A, tension : 13 V, vitesse de soudage : 40 cm/mn), avec à titre de métal d'apport un alliage X2CrNi19-9 de 1 mm d'épaisseur, avec une protection gazeuse périphérique

d'azote.

La figure 6 illustre quant à elle, sur une vue agrandie, la technique de soudure par "fusion de bords" utilisée dans le cas D, le couple (X, Y) de parties soudées étant alors représenté par le couple (46, 38).

On peut citer à titre illustratif des conditions d'obtention de la soudure D entre col 46 et fond 38, utilisant une technique TIG Automatique pulsé, sous un mélange à base d'argon, (intensité max. : 20 A, intensité min. : 12 A, tension : 11 V, vitesse de soudage : 15 cm/mn, distance électrode/pièce à souder : ≈ 1mm), sans métal d'apport, et sans protection gazeuse périphérique.

La figure 7 illustre enfin, également sur une vue agrandie, l'utilisation de la technique de soudage "à pleine section" dans le cas E, effectuant l'assemblage entre le fond 39 et la pièce d'extraction 45.

Une installation telle que celle décrite en liaison avec les figures 1 et 3 à 7, a été utilisée pour alimenter un point utilisateur 47 où défilaient des bouteilles de jus de fruit, devant chacune recevoir une dose d'azote liquide.

Les bouteilles circulaient au niveau du point utilisateur 47 à une vitesse variant selon les régimes de 4700 bouteilles/heure à 10 000 bouteilles/heure, l'azote liquide étant délivré, pour chacun de ces régimes, en continu par l'organe de régulation 20.

On comprendra dès lors, que par le choix d'un tel fonctionnement, de l'azote liquide est délivré dans le vide présent entre deux bouteilles sur l'organe de convoyage des bouteilles au niveau du point utilisateur 47.

Après avoir subi une opération de stérilisation du type de celle décrite précédemment et que l'on détaille ci-dessous, l'installation a été à nouveau réalimentée en azote liquide en provenance de la source 11, et remise en production en vue d'alimenter le point utilisateur 47, afin de permettre la réalisation de prélèvements d'azote liquide en vue de leur analyse bactériologique.

La capacité du réservoir 1 était de l'ordre de 30 litres. le débit délivré au point utilisateur de l'ordre de 100 l/h.

L'opération de stérilisation comportait essentiellement les étapes suivantes :

- une vidange de l'azote liquide résiduel persistant dans l'installation par un soufflage d'azote gazeux en provenance de la platine 22, la vanne de régulation 20 étant en position ouverte ;
- un pompage de l'installation via les platines 15 et 7 (phase durant de l'ordre de 30 minutes pour atteindre une pression voisine de 100 mbars); - une stérilisation à la vapeur à une température de 121 °C (mesuré au point le plus bas de l'installation par la platine 15), durant environ 15 minutes, via la platine 7, la vanne d'isolement 21 étant en position ouverte ;

Comme précédemment mentionné, il est possible de programmer plusieurs cycles pompage/stérilisation.

- un pompage sous vide de l'installation pour effectuer un séchage, via la platine 15 (éventuellement complétée par l'intervention de la platine 7). Cette phase durant de l'ordre de 45 minutes à 1 heure;
- 5 - un soufflage d'azote gazeux filtré dans l'installation via la platine 7 (l'azote transite donc par le module de filtration 5).

10 Le résultat des analyses effectuées, réalisées par des techniques classiques dans le domaine de l'évaluation de la population microbienne dans un fluide contaminé, a permis de démontrer dans tous les cas l'absence de germes, et donc le fait que l'opération de filtration réalisée sur le module 5, en combinaison avec la mise en oeuvre de la pré-étape de stérilisation de l'ensemble de l'installation à la vapeur, donne lieu à la production et à la distribution au niveau du point utilisateur 47 d'un azote stérile, conformément au souhait exprimé par l'utilisateur considéré.

20 Tous les essais effectués par la Demanderesse ont par ailleurs démontré que l'installation selon l'invention permettait un contrôle très performant de la pression atteinte à l'intérieur du récipient (dont une garantie de la pression vis à vis de l'utilisateur) que la surface du produit conditionné soit libre ou non (comme c'est par exemple le cas lorsque le produit conditionné dans le récipient mousse). Une telle mousse constitue pour l'azote liquide un échangeur qui perturbe ou à tout le moins modifie le phénomène de vaporisation dans le récipient, rendant délicat le contrôle de la pression.

30 Tous ces essais ont donc notamment démontré (grâce par exemple aux moyens de régulation 20) un excellent contrôle du niveau de pression dans les récipients, y compris dans ces cas délicats de produits "à mousse".

40 Quoique la présente invention ait été décrite en relation avec des modes de réalisation particuliers, elle ne s'en trouve pas limitée pour autant mais est au contraire susceptible de modifications et de variantes qui apparaîtront à l'homme de l'art.

## Revendications

- 45 1. Installation stérilisable de fourniture d'au moins une dose de liquide cryogénique à un point utilisateur (47) comprenant, le long d'une ligne de transfert de fluide :
- 50 - une source (11) d'un premier liquide cryogénique ;
  - un réservoir (1), apte à stocker provisoirement dudit premier liquide cryogénique ;
  - 55 - des moyens de prélèvement (19, 44, 45), de façon continue ou discontinue, dudit premier liquide du réservoir, en vue de l'alimentation du point utilisateur ;

caractérisée en ce que le réservoir comporte une enveloppe extérieure (36), et une enveloppe intérieure (37) qui comporte notamment plusieurs parties assemblées par soudage, toutes les soudures étant réalisées selon des techniques de soudage réalisant, entre deux parties soudées, une pénétration totale sans recouvrement.

2. Installation selon la revendication 1, caractérisée en ce que ladite enveloppe intérieure comporte une virole (40) et deux fonds (38, 39) et en ce que deux desdites soudures (41, 42) interviennent respectivement entre la virole et chacun des deux fonds.

3. Installation selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que le réservoir comporte en sa partie supérieure une pièce (46) de liaison entre l'enveloppe intérieure et l'enveloppe extérieure et en ce qu'une desdites soudures (D) intervient au contact entre la pièce de liaison et l'enveloppe intérieure.

4. Installation selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que le réservoir comporte un conduit (45) d'extraction du premier liquide de l'enveloppe intérieure en vue de l'alimentation en liquide cryogénique des dits moyens de prélèvement, et en ce qu'une desdites soudures intervient au contact entre le conduit d'extraction et l'enveloppe intérieure.

5. Installation selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce qu'au moins l'une desdites soudures est réalisée selon l'une des techniques de soudage suivantes :

- la technique de soudage par fusion de bords ;
- la technique de soudage à pleine section.

6. Installation selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisée en ce qu'elle comporte, entre la source (11) et le réservoir (1), un module de filtration qui comprend :

- un filtre (33) bactériologique apte à être alimenté par la source ;
- une enceinte (5) pouvant contenir un bain (31) d'un second liquide cryogénique, dimensionnée de façon à pouvoir accueillir le filtre en position immergée;
- un serpentín (34) de recondensation, intercalé entre la source de premier liquide cryogénique et l'entrée du filtre, de façon à pouvoir être immergé dans le bain de second liquide cryogénique.

7. Installation selon la revendication 6, caractérisée en ce qu'elle comprend un second serpentín (32) de recondensation positionné en aval du filtre, de

façon à pouvoir également être immergé dans le bain de second liquide cryogénique.

8. Installation selon la revendication 7, caractérisée en ce qu'elle comprend un moyen de création d'une perte de charge, situé en aval du filtre, de façon à pouvoir également être immergé dans le bain de second liquide cryogénique, le second serpentín de recondensation étant positionné entre le filtre et le moyen de création de la perte de charge.

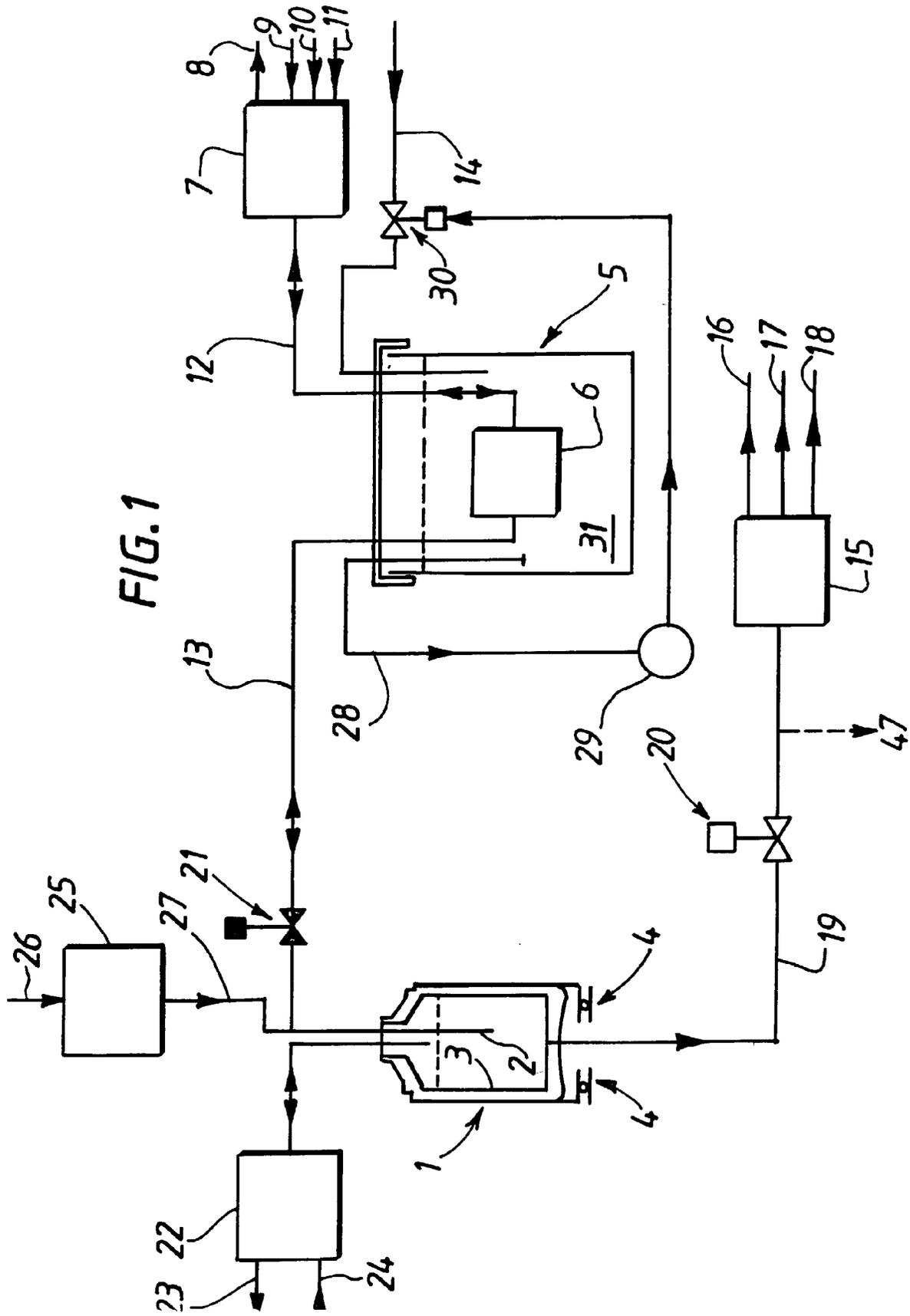
9. Installation selon la revendication 8, caractérisée en ce que ledit moyen de création d'une perte de charge est un tube capillaire.

10. Installation selon l'une des revendications 6 à 9, caractérisée en ce que la source de premier liquide cryogénique et le second liquide cryogénique sont identiques.

11. Installation selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens (4, 21) de régulation du niveau de premier liquide cryogénique dans le réservoir, comprenant des moyens de pesage du réservoir ou bien des jauges de contrainte, ainsi que des moyens de réajustement dudit niveau de premier liquide cryogénique en fonction du résultat d'un pesage ou d'une évolution des jauges de contrainte.

12. Installation selon l'une des revendications 1 à 11, caractérisée en ce que ledit poste utilisateur est un poste où se présentent des récipients ou emballages de type alimentaire, chaque récipient ou emballage devant recevoir une dose dudit premier liquide cryogénique, et en ce qu'elle comporte des moyens (20) de régulation du débit de premier liquide cryogénique délivré au point utilisateur à partir d'au moins l'une des données suivantes :

- la vitesse de passage des récipients ou emballages au niveau du point utilisateur ;
- une mesure de pression (22) dans le ciel gazeux du réservoir.



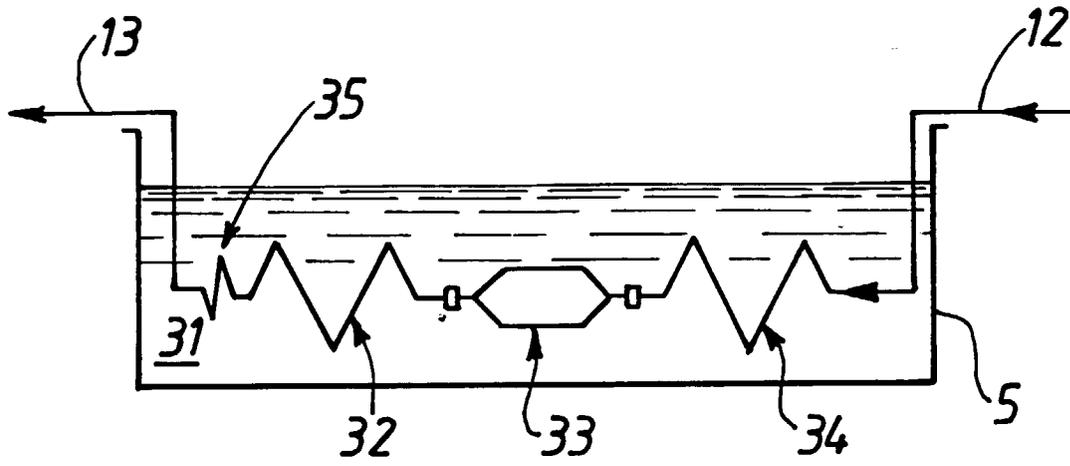


FIG. 2

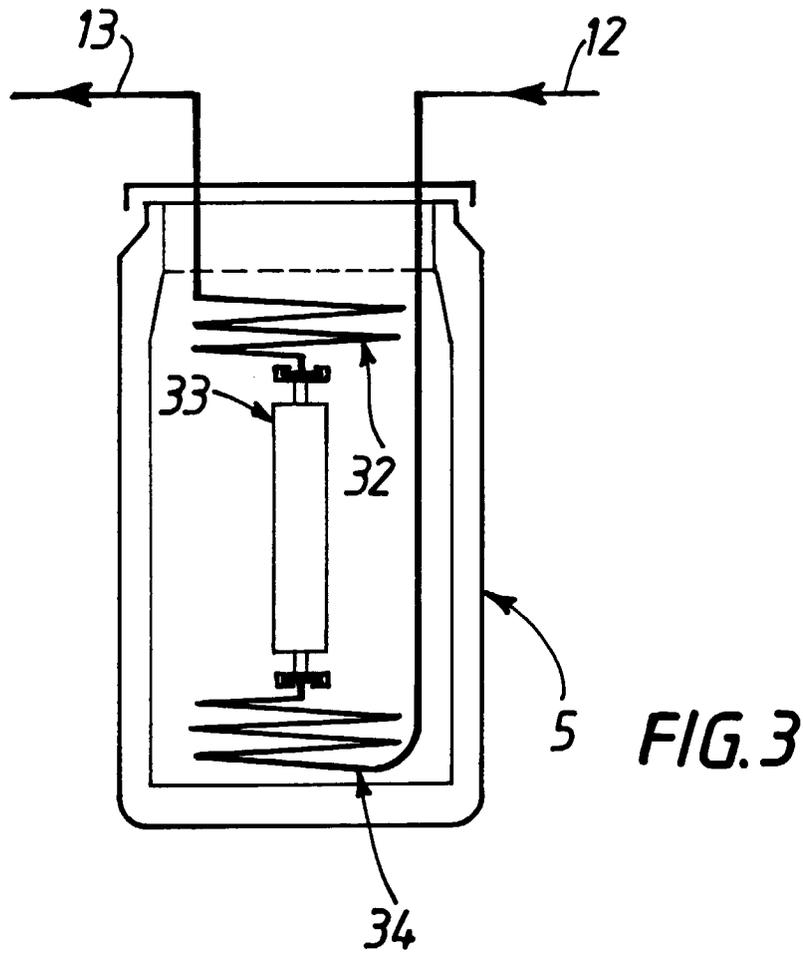


FIG. 3

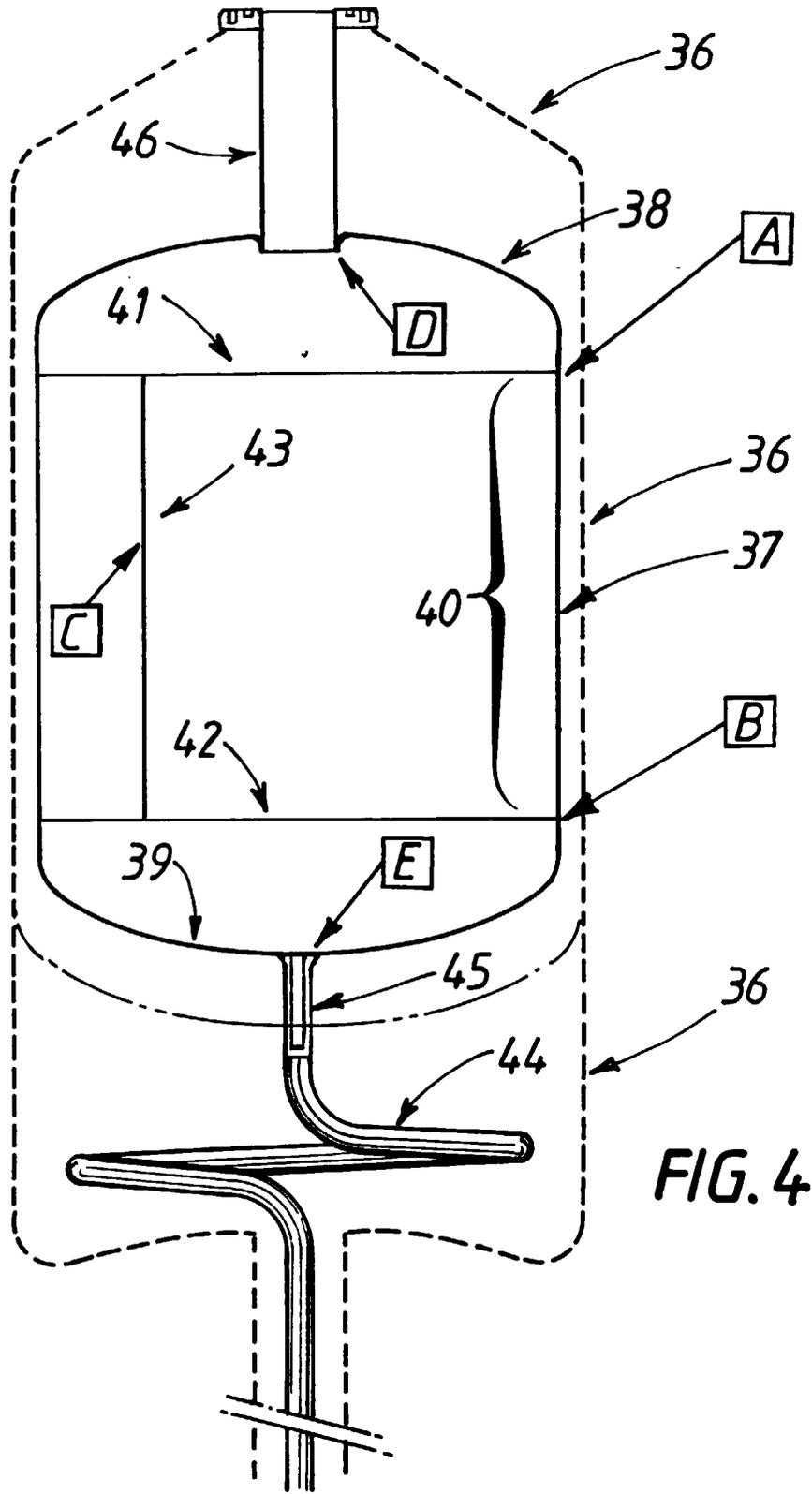
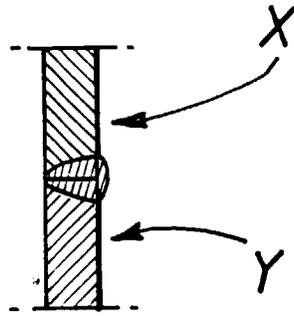
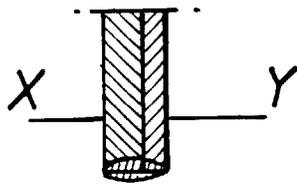


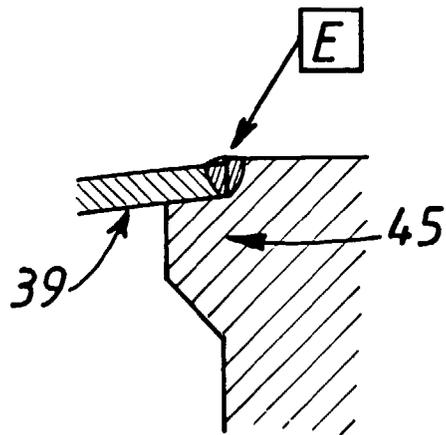
FIG. 4



**FIG. 5**



**FIG. 6**



**FIG. 7**



Office européen  
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande  
EP 96 40 1632

| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS   |   |  |  |
|---|---|--|--|
| Catégorie   | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes   | Revendication concernée  | CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)          |
| Y   | US-A-4 620 962 (BRODBECK)<br>* revendications; figure *<br>---  | 1,2,5,<br>10-12  | F17C3/08<br>F17C9/00                         |
| Y   | BOARDMAN ET AL.: "WELDING HANDBOOK."<br>1950, AMERICAN WELDING SOCIETY, NEW YORK<br>XP002001617 14972<br>* page 871 - page 881 *<br>--- | 1,2,5,<br>10-12  |  |
| A   | FR-A-1 587 769 (MOREAU)<br>* revendications; figure *<br>---  |  |  |
| A   | US-A-5 165 246 (PRAXAIR)<br>abstract<br>* figure 3 *<br>---   |  |  |
| A,D   | EP-A-0 591 017 (L'AIR LIQUIDE)<br>-----   |  |  |
| Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications  |   |  | DOMAINES TECHNIQUES<br>RECHERCHES (Int.Cl.6) |
|   |   |  | F17C<br>B23K                                 |
| Lien de la recherche  |   | Date d'achèvement de la recherche  | Examineur                                    |
| LA HAYE   |   | 29 Novembre 1996   | Meertens, J                                  |
| CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES   |   | T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date<br>D : cité dans la demande<br>I : cité pour d'autres raisons<br>-----<br>& : membre de la même famille, document correspondant |  |
| X : particulièrement pertinent à lui seul<br>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie<br>A : arrière-plan technologique<br>O : divulgation non-écrite<br>P : document intercalaire |   |  |  |

EPO FORM 1503 01.92 (IP/C02)