CH 627 844 A5

(19) CONFÉDÉRATION SUISSE
OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

(51) Int. Cl.³: G 01 N 1/20

**Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein**
Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

ETH-BIBLIOTHEK ZÜRICH

# (12) FASCICULE DU BREVET A5

(11) 627 844

(21) Numéro de la demande: 12627/78

(22) Date de dépôt: 12.12.1978

(30) Priorité(s): 19.12.1977 FR 77 38561

(24) Brevet délivré le: 29.01.1982

(45) Fascicule du brevet publié le: 29.01.1982

(73) Titulaire(s):
Institut Français du Pétrole, Rueil-Malmaison (FR)
Société Anonyme Pipe Line Service, Puteaux (FR)

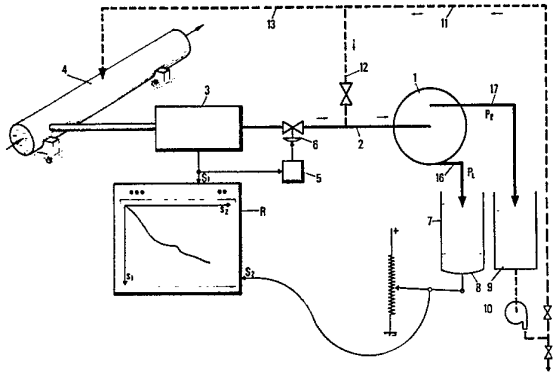
(72) Inventeur(s):
Jean-Paul Euzen, Ecully (FR)
Patrick Scemama, Paris (FR)

(74) Mandataire:
William Blanc & Cie conseils en propriété industrielle S.A., Genève

## (54) Dispositif pour suivre les variations de la composition d'un mélange liquide hétérogène en écoulement.

(57) Ce dispositif constitue un échantillonneur-analyseur d'un mélange liquide hétérogène en écoulement comprenant au moins deux phases liquides incomplètement miscibles. Il comporte un organe (3) pour prélever de façon répétitive une quantité déterminée du mélange, un organe de séparation (1) d'une au moins des phases liquides, un organe de mesure (8) de la quantité de phase liquide ainsi séparée et un organe d'affichage (R) de la mesure de cette quantité correspondante de mélange prélevée.

Ce dispositif permet notamment de déterminer en continu la teneur en eau d'un pétrole brut en écoulement.



## REVENDICATIONS

1. Dispositif pour suivre les variations de la composition d'un mélange hétérogène en écoulement comprenant au moins deux phases liquides incomplètement miscibles, ce dispositif comportant:

a) un organe de prélèvement d'une quantité déterminée ajustable du mélange en écoulement,

b) un organe de séparation d'une au moins des phases liquides, relié audit organe de prélèvement,

c) un organe de mesure de la quantité de phase liquide, ainsi séparée, et

d) un organe d'affichage de la mesure de cette quantité et de la quantité correspondante de mélange prélevée, ledit organe d'affichage étant relié à la fois audit organe de prélèvement et audit organe de mesure,

caractérisé en ce qu'il comporte en combinaison ledit organe de prélèvement à débit variable, ledit organe de séparation fonctionnant en continu et des moyens de recyclage de l'une au moins des phases à sa sortie de l'organe de séparation, ces moyens de recyclage étant reliés, d'une part, à l'entrée de l'organe de séparation et, d'autre part, à l'écoulement du mélange en aval du point où l'organe de prélèvement est relié à cet écoulement.

2. Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit organe de séparation est un organe de centrifugation continue.

3. Dispositif selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que ledit organe de prélèvement est adapté à effectuer les prélèvements directement dans l'écoulement du mélange hétérogène.

4. Dispositif selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que ledit organe de prélèvement est adapté à effectuer les prélèvements dans une dérivation de l'écoulement du mélange hétérogène.

5. Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comporte une sonde de prélèvement dont l'embouchure dans le mélange en écoulement est à une distance réglable de l'axe de l'écoulement.

6. Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que ledit organe de prélèvement est un organe à fonctionnement intermittent, adapté à effectuer les prélèvements suivant une loi déterminée en fonction du temps.

7. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que ledit organe de prélèvement est un organe à fonctionnement intermittent comportant des moyens pour commander la fréquence du prélèvement en fonction du débit de mélange hétérogène.

8. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que ledit organe de prélèvement est un organe de prélèvement continu comportant des moyens d'asservissement du débit de prélèvement au débit du mélange hétérogène en écoulement.

9. Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte des moyens de mesure du rapport

$$\frac{\Delta S_2}{\Delta S_1},$$

où $\Delta S_2$ représente l'accroissement de la quantité de ladite phase liquide séparée correspondant à un faible accroissement $\Delta S_1$ de la quantité de mélange prélevée.

10. Dispositif selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'il comporte un organe d'alarme adapté à être déclenché lorsque le rapport

$$\frac{\Delta S_2}{\Delta S_1}$$

franchit une valeur limite fixée à l'avance.

11. Dispositif selon l'une des revendications précédentes, utilisable pour un mélange hétérogène comportant en outre une phase solide dans le mélange, caractérisé en ce que ledit organe de séparation est d'un type permettant l'évacuation de cette phase solide sans arrêt du fonctionnement de l'organe de séparation.

---

Au cours de la manipulation de mélanges hétérogènes constitués essentiellement de différentes phases liquides incomplètement miscibles, il est souvent important de connaître précisément la teneur du mélange en chacune des phases. De plus, lorsque ces mélanges circulent à gros débit dans des conduites, il est souvent important de suivre de manière continue l'évolution de cette teneur.

Ainsi, par exemple, au cours du déchargement ou du chargement d'un navire pétrolier, d'un bac de stockage, etc., il est important de connaître la teneur en eau insoluble dans le pétrole brut ou dans le produit valorisable en écoulement.

Or, il n'existe pas actuellement d'appareil permettant de faire cette mesure en continu de façon précise et fiable. En ce qui concerne, par exemple, la teneur en eau + sédiments dans un pétrole brut, la norme en vigueur recommande de prélever un seul échantillon de 100 $cm^3$ pour l'ensemble de la cargaison, et d'en faire l'analyse par centrifugation.

Cela ne peut donner qu'une image extrêmement imprécise, voire aléatoire, de la composition réelle de l'ensemble de la cargaison, puisque, en raison de la différence de densité entre les phases, cette cargaison est loin d'être homogène. Il est en particulier possible de faire des prélèvements ne contenant presque pas d'eau quand on soutire les couches supérieures d'un produit plus léger que l'eau, ou, inversement, de ne récolter que de l'eau quand on soutire la couche inférieure.

Il existe déjà des appareils qui permettent de doser l'eau dans un milieu, mais ces appareils ne permettent pas, soit de déterminer la teneur du milieu en eau libre (cas des appareils de mesure de la conductivité électrique), soit de faire cette détermination de manière précise en continu (cas des appareils de distillation).

Les microsondes mesurant la permittivité effective du mélange hétérogène sont difficilement utilisables lorsque le mélange est un pétrole brut, en raison de la viscosité de celui-ci. Par ailleurs, une goutte d'eau ou de pétrole se bloquant sur la microsonde risque de fausser toutes les mesures.

Pour remédier à ces inconvénients, un appareil échantillonneur/analyseur a été mis au point, selon l'invention, permettant de prélever des échantillons répartis selon le temps, ou selon le débit du produit à analyser, et de faire la séparation et l'analyse continues des échantillons récoltés.

Cet appareil, fidèle et précis, permet de déterminer, éventuellement en fonction du temps, ou du débit déchargé, la teneur en liquide insoluble et en solide contenus dans le produit à analyser.

Le dispositif selon l'invention comporte:

a) un organe de prélèvement d'une quantité déterminée ajustable du mélange en écoulement,

b) un organe de séparation d'une au moins des phases liquides, relié audit organe de prélèvement,

c) un organe de mesure de la quantité de phase liquide, ainsi séparée, et

d) un organe d'affichage de la mesure de cette quantité et de la quantité correspondante de mélange prélevée, ledit organe d'affichage étant relié à la fois audit organe de prélèvement et audit organe de mesure.

Ce dispositif est caractérisé en ce qu'il comporte en combinaison ledit organe de prélèvement à débit variable, ledit organe de séparation fonctionnant en continu et des moyens de recyclage de l'une au moins des phases à sa sortie de l'organe de séparation, ces moyens de recyclage étant reliés, d'une part, à l'entrée de l'organe de séparation et, d'autre part, à l'écoulement du mélange en aval du point où l'organe de prélèvement est relié à cet écoulement.

L'invention est illustrée par les figures annexées où:

— la fig. 1 illustre de façon schématique un dispositif selon l'invention,

— la fig. 2 représente schématiquement la centrifugation,

— la fig. 3 est un schéma d'un exemple de réalisation d'un système échantillonneur, et

— la fig. 4 représente un autre mode de réalisation du dispositif selon l'invention.

Selon le schéma de la fig. 1, le dispositif est constitué par la combinaison de plusieurs éléments comprenant une centrifugeuse 1 qui permet la séparation en continu entre une phase, dite lourde, par exemple eau + sédiments, et une autre phase insoluble, dite légère, de densité inférieure, par exemple du pétrole brut.

Cette centrifugeuse est alimentée par la conduite 2 reliée à un appareil échantillonneur automatique 3 qui prélève des échantillons par exemple à partir d'un conduit 4 balayé en permanence par le courant principal dont le sens d'écoulement est indiqué par des flèches, ou une fraction de ce courant principal. Le volume de chacun des échantillons prélevé par l'échantillonneur 3 est fixe pendant toute la durée de l'échantillonnage, mais peut être modifié selon les besoins, par exemple de 1 à 1000 $cm^3$, mais de préférence de 10 à 300 $cm^3$.

Les échantillons peuvent être prélevés à des intervalles de temps qui sont, soit constants, à partir d'un échantillon toutes les secondes, sans limitation supérieure, soit variables en fonction du débit du courant principal, mesuré par ailleurs. Cette seconde possibilité permet, lorsque le débit du flux principal évolue, de prélever systématiquement un échantillon, dès qu'un volume déterminé, qu'on peut choisir, est passé dans la conduite principale.

A chaque prélèvement d'une quantité déterminée de mélange, l'échantillonneur 3 envoie une impulsion à une première borne d'un appareil d'enregistrement R, ce qui provoque par exemple le déroulement d'une certaine longueur de la bande de papier d'enregistrement de l'appareil R. La longueur de papier déroulée est ainsi proportionnelle à la quantité de mélange échantillonnée. Ce signal S1 actionne également un circuit 5 de commande d'une électrovanne 6 qui s'ouvre alors en laissant s'écouler le volume prélevé par l'échantillonneur 3 vers la conduite 2 reliée à la centrifugeuse 1.

Plus généralement, l'appareil R peut être constitué par tout organe d'affichage ou d'enregistrement de la quantité de mélange prélevée.

Avant d'être introduit dans la centrifugeuse 1, le débit de sortie de l'échantillonneur reçoit l'appoint d'un débit de recyclage dont on parlera ci-dessous.

Ces deux débits alimentent la centrifugeuse 1 qui réalise, par centrifugation à forte accélération de gravité, la séparation entre les phases insolubles. Dans l'exemple de l'analyse d'un pétrole brut contenant de l'eau, la phase lourde $P_L$, constituée par l'eau, va à la périphérie de la chambre en rotation à grande vitesse, alors que la phase légère $P_1$, constituée par le pétrole brut, reste plus au centre. Il est alors possible de recueillir séparément la phase lourde dans le récipient 7.

Ce récipient comporte par exemple à sa base une membrane 8 reliée par un système de tiges articulées au curseur d'un potentiomètre qui mesure, sous la forme d'un signal $S_2$, la pression s'exerçant sur la membrane 8, proportionnelle à la quantité d'eau recueillie. Le signal $S_2$ est transmis à l'enregistreur qui enregistre ainsi cette quantité d'eau en fonction de la quantité totale de mélange qui a traversé l'échantillonneur, cette dernière quantité étant représentée par le signal $S_1$. Cela permet, par exemple, de connaître à chaque instant, et en particulier à la fin de l'opération de déchargement, la teneur moyenne en phase lourde dans le mélange. Cela permet également, en suivant la pente

$$\frac{\Delta S_2}{\Delta S_1}$$

de la courbe représentant la quantité de phase lourde en fonction de la quantité de pétrole brut échantillonné, de suivre l'évolution de la teneur en phase lourde dans le mélange.

Dans un mode de réalisation, le signal $S_2$ est introduit dans un circuit électronique de dérivation produisant un signal $S_3$, proportionnel au rapport

$$\frac{\Delta S_2}{\Delta S_1}.$$

Ce signal $S_3$ peut alors être enregistré en fonction de $S_1$, soit en continu, soit de façon intermittente. Le signal $S_3$ peut éventuellement commander une alarme lorsque la valeur du rapport

$$\frac{\Delta S_2}{\Delta S_1}$$

dépasse une valeur limite choisie.

La fig. 4 illustre un mode de réalisation permettant d'enregistrer non seulement le signal $S_2$ (représentant la quantité d'eau) en fonction du signal $S_1$ (quantité totale de mélange), mais également les variations du rapport

$$\frac{\Delta S_2}{\Delta S_1}$$

en fonction de la quantité de pétrole brut échantillonné.

Des conducteurs 26 et 27, reliés respectivement à l'échantillonneur 3 délivrant le signal $S_1$ et au potentiomètre délivrant le signal $S_2$, sont connectés à des circuits de dérivation à travers des filtres (filtres 28 et 29, circuits de dérivation 30 et 31). Les circuits de dérivation 30 et 31 sont, à leur tour, connectés à un circuit diviseur 34, par l'intermédiaire des conducteurs 32 et 33 respectivement. Le circuit diviseur 34 délivre un signal proportionnel au rapport

$$\frac{\Delta S_2}{\Delta S_1},$$

ce signal étant appliqué par le conducteur 35 à une première borne d'entrée d'un organe d'affichage ou d'enregistrement R'. Cet organe reçoit le signal $S_1$ sur une seconde borne d'entrée connectée par le conducteur 36 à la sortie du filtre 28.

Un organe d'affichage ou d'enregistrement R, identique à celui de la fig. 1, reçoit les signaux $S_1$ et $S_2$ en étant connecté aux bornes de sortie des filtres 28 et 29 par l'intermédiaire des conducteurs 37 et 38 respectivement.

Le circuit diviseur 34 pourra être connecté à un circuit d'alarme (non représenté) délivrant un signal sonore ou/et lumineux lorsque la valeur du rapport

$$\frac{\Delta S_2}{\Delta S_1}$$

dépasse une valeur limite choisie.

On pourra également utiliser un dispositif d'alarme détectant directement le passage d'eau pratiquement pure dans la conduite 2 ou dans la conduite de prélèvement reliant l'échantillonneur 3 au conduit 4.

La phase légère, qui est le pétrole brut dans l'exemple d'un mélange pétrole brut/eau, sort également de la centrifugeuse et, après un stockage provisoire en 9, est renvoyée sous pression par la pompe 10, d'une part, en recyclage par les conduites 11 et 12 à l'entrée de la centrifugeuse 1, d'autre part, par la conduite 13, vers la tuyauterie 4 en aval du point où l'échantillonnage a été fait.

Le recyclage partiel de la phase légère par les conduites 11 et 12 présente l'avantage d'atténuer les irrégularités de débit liées au caractère discontinu des prélèvements effectués par l'échantillonneur 3.

Ce mode de réalisation améliore par ailleurs la qualité de la séparation et présente en outre l'avantage d'atténuer les variations du temps de séjour du mélange dans la centrifugeuse.

Il est bien évident que si, pour plus de clarté, la description a été faite en l'illustrant par l'exemple précis de la détermination de la teneur en eau libre dans un pétrole brut, l'appareillage décrit pourrait tout aussi bien être utilisé dans le cas où on souhaiterait enregistrer en continu la valeur de la teneur en phase légère, comme, par exemple, la teneur en huile d'une émulsion d'huile dans l'eau. Il suffirait à cet effet de recueillir dans le récipient 7 la phase légère et inversement d'envoyer la phase lourde dans la capacité de stockage provisoire 9.

D'une façon générale, le recyclage décrit ci-dessus pourrait s'appliquer selon les besoins à l'une ou l'autre des phases séparées dans la centrifugeuse 1.

Si, en plus des phases liquides, on trouve dans le mélange hétérogène à analyser une phase solide dispersée, il est également possible d'en tenir compte.

Cette phase solide aura, en général, sous sa forme compactée, une densité supérieure à celle de la phase lourde $P_L$, et va par conséquent se plaquer contre la paroi du bol de la centrifugeuse 1. Selon la quantité de solide présente, il sera possible soit de décharger ce solide de temps en temps, en cours d'opération, et sans arrêter la rotation de la centrifugeuse 1, grâce à des appareils spécialement adaptés à cette fonction, soit, si les quantités de solide recueillies sont faibles par rapport à la taille du bol de la centrifugeuse, de récolter la totalité du solide en une seule fois à la fin de l'opération.

La fig. 2 représente schématiquement le bol 14 d'un type connu de centrifugeuse utilisable dans le dispositif selon l'invention. Ce bol, entraîné en rotation à grande vitesse, est alimenté en mélange liquide hétérogène par la conduite 2. Sous l'influence de la force centrifuge, les deux phases liquides $P_L$ et $P_1$, de densités différentes, se séparent en formant un interface 15.

Des conduits d'évacuation 16 et 17 respectivement permettent d'évacuer chacune des deux phases liquides, ces conduits soutirant les liquides de part et d'autre d'un diaphragme 18.

Le solide éventuellement présent dans le mélange s'accumule contre la paroi intérieure du bol 14, dans une zone annulaire 19, d'où il peut être évacué en fin d'opération.

Comme indiqué ci-dessus, le bol 14 pourra être équipé de moyens permettant d'évacuer ce solide en continu.

Le système échantillonneur représenté à titre d'exemple sur la fig. 3 comporte une conduite de dérivation 20 d'une fraction de l'écoulement principal passant dans la conduite 4. Un circuit électronique 21 permet, par la manœuvre d'une ou plusieurs électrovannes 22, de commander l'orientation du fluide qui traverse la conduite de dérivation 20, soit en retour vers la conduite principale 4, soit vers la conduite 2 reliée à la centrifugeuse 1. Ce générateur d'ordres 21 est actionné soit périodiquement par une horloge 23, soit par un organe 24 qui reçoit d'un débitmètre 25 une indication sur le débit de fluide traversant la conduite 4 (en amont du point de raccordement de la conduite 20, dans l'exemple illustré).

Un commutateur 26 permet de sélectionner l'une ou l'autre des possibilités ci-dessus pour actionner l'organe de commande 21.

Des signaux $S_1$ sont délivrés par le générateur d'ordres 21 et envoyés à la première borne d'un appareil enregistreur R (fig. 1), comme indiqué ci-dessus.

Des perfectionnements ou modifications pourront être apportés, sans que l'on sorte du cadre de la présente invention.

Par exemple, la conduite de dérivation 20 pourra prélever le mélange liquide par l'intermédiaire d'une sonde dont l'embouchure dans la conduite 4 sera située à une distance réglable de l'axe de cette conduite.

Cela permettra de choisir un échantillon bien représentatif de l'écoulement dans la conduite 4, en tenant compte du profil de vitesse dans une section droite de cette conduite.

On pourra, par ailleurs, utiliser un échantillonneur 3 d'un type permettant d'effectuer dans la conduite 4 un prélèvement à un débit réglé en fonction du débit dans cette conduite, cet échantillonneur comportant, par exemple, une pompe doseuse dont le débit est asservi au débit du mélange liquide dans la conduite 4.

**627 844**
2 feuilles N° 1 *

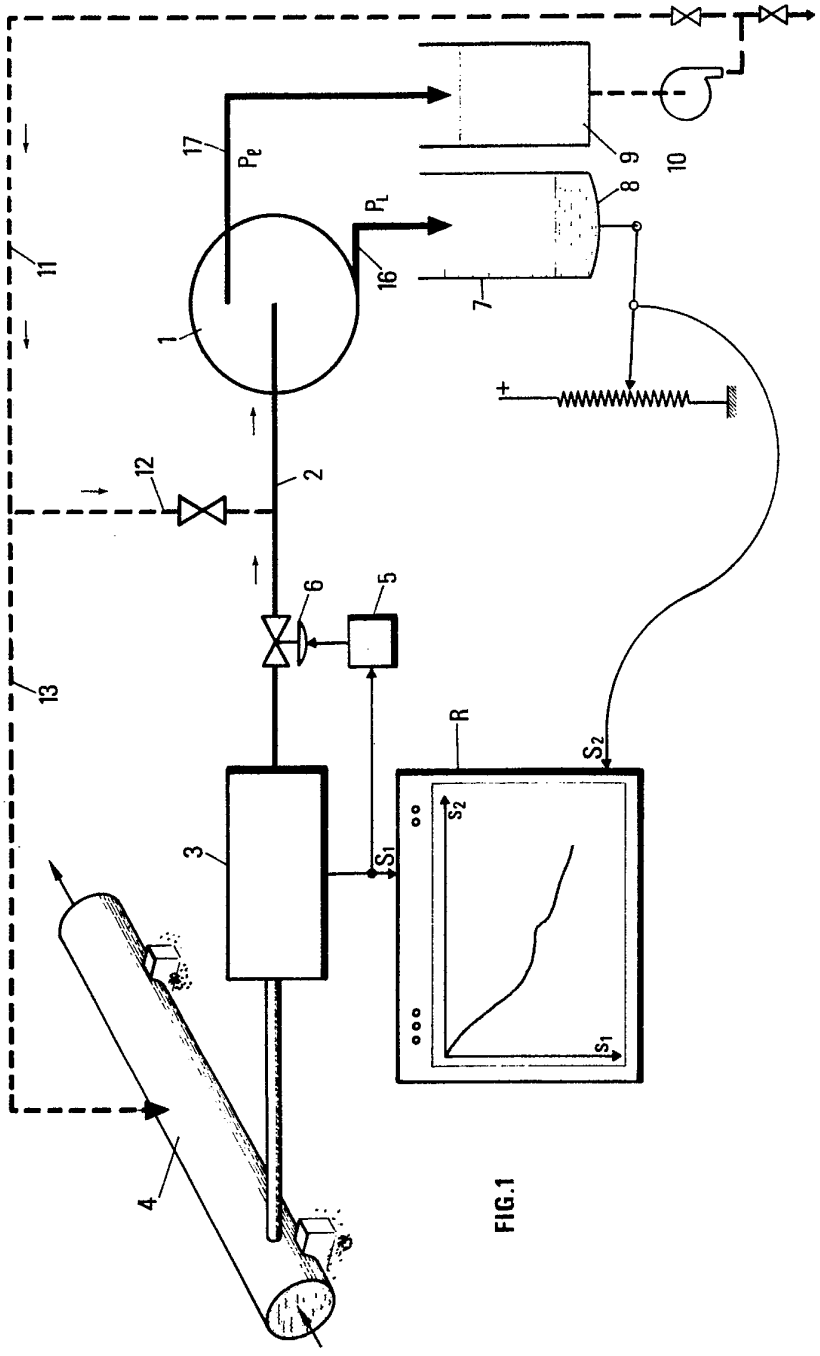



FIG.1

627 844
2 feuilles N° 2*

FIG.4

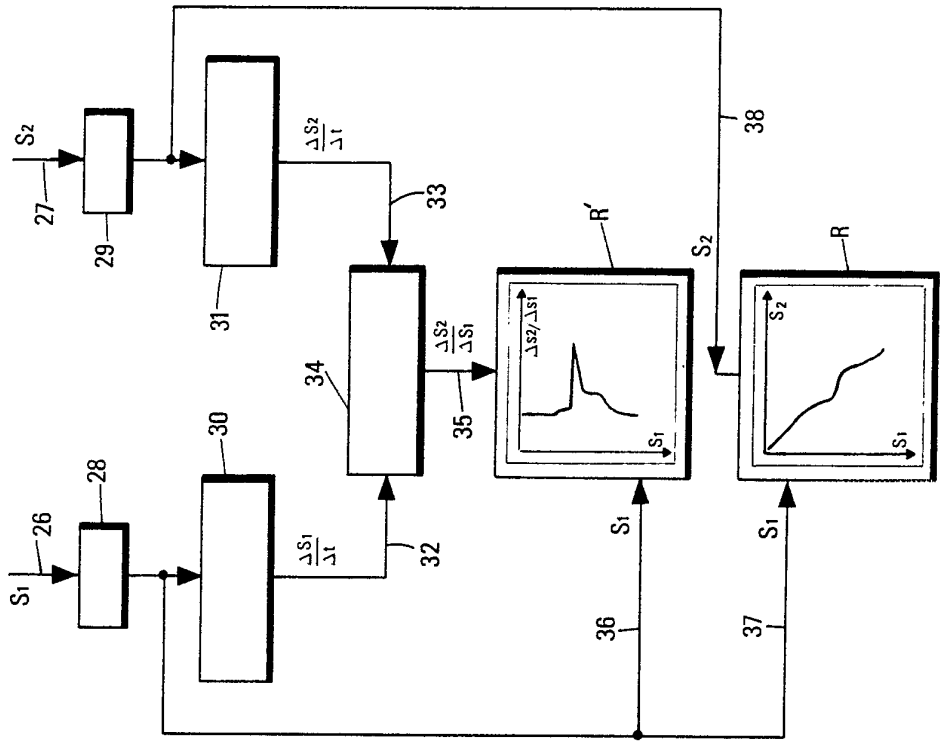



FIG.2

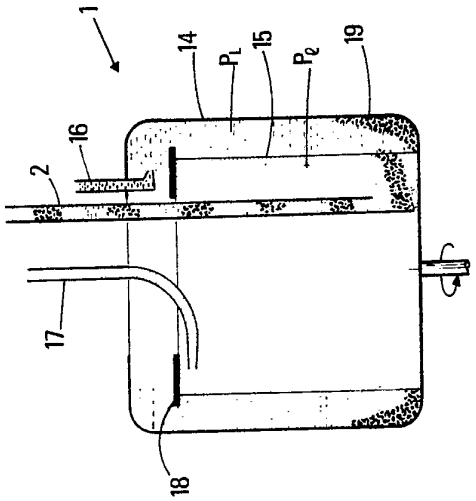



FIG.3

