(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) EP 0 595 672 B1

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention de la délivrance du brevet:
**04.12.1996 Bulletin 1996/49**

(51) Int Cl.[6]: **F25J 3/04**

(21) Numéro de dépôt: **93402420.9**

(22) Date de dépôt: **04.10.1993**

(54) **Procédé et installation de production d'azote gazeux à débit variable**

Verfahren und Anlage zur Herstellung von gasförmigem Stickstoff mit variabelen Mengen

Process and plant for the production of gaseous nitrogen in variable quantities

(84) Etats contractants désignés:
**DE FR GB IT**

(30) Priorité: **30.10.1992 FR 9213026**

(43) Date de publication de la demande:
**04.05.1994 Bulletin 1994/18**

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

(72) Inventeurs:
- **Darredeau, Bernard**
  **F-78500 Sartrouville (FR)**
- **Grenier, Maurice**
  **F-75018 Paris (FR)**
- **Garnier, Catherine**
  **F-75012 Paris (FR)**
- **Venet, François**
  **Walnut Creek, California 94596 (US)**

(74) Mandataire: **Mercey, Fiona Susan et al**
**L'Air Liquide,**
**Service Brevets et Marques,**
**75, quai d'Orsay**
**75321 Paris Cédex 07 (FR)**

(56) Documents cités:
**EP-A- 0 107 418**
**EP-A- 0 191 862**
**FR-A- 2 341 110**

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).

EP 0 595 672 B1

Printed by Jouve, 75001 PARIS (FR)

## Description

La présente invention est relative à un procédé de production d'azote gazeux à débit variable et à teneur sensiblement constante, du type dans lequel :

- on refroidit jusqu'au voisinage de son point de rosée de l'air comprimé épuré en eau et en $CO_2$, et on l'introduit en cuve d'une colonne de rectification qui produit en tête l'azote gazeux de production et en cuve un liquide, dit liquide riche, constitué d'air enrichi en oxygène ;
- on liquéfie une partie de l'azote de tête de la colonne par vaporisation dans un condenseur de tête de la colonne de liquide riche détendu à une basse pression ;
- lorsque la demande en azote gazeux est supérieure à la demande nominale, la pression de la colonne est réduite, on envoie de l'azote liquide en tête de colonne à partir d'un stockage d'azote liquide, et on stocke du liquide riche dans un stockage de liquide riche relié d'une part à la cuve de la colonne et d'autre part audit condenseur de tête ; et
- lorsque la demande en azote gazeux est inférieure à la demande nominale, la pression de la colonne est augmentée, on envoie de l'azote liquide de la tête de colonne au stockage d'azote liquide et on réduit le niveau du liquide riche du stockage de liquide riche.

Dans les procédés de ce type, tels que décrits dans EP-A-107.418, dits "procédé HPN à bascule azote liquide/liquide riche", la colonne et la ligne d'échange thermique sont dimensionnées pour une production nominale d'azote gazeux. Pour les petites installations, le maintien en froid est généralement assuré, dans la marche nominale, par "biberonnage" d'azote liquide du stockage d'azote liquide vers la tête de la colonne. Pour les grosses installations, au contraire, le maintien en froid est généralement assuré par détente de gaz résiduaire (liquide riche vaporisé) dans une turbine.

Par exemple, pour produire 100 Nm3/h d'azote gazeux à 1 vpm (partie par million en phase vapeur) d'oxygène, il faut comprimer 240 Nm3/h d'air envoyé, après épuration et refroidissement dans la ligne d'échange, en cuve de colonne, et biberonner environ 5 Nm3/h d'azote liquide.

Pour une demande accrue en azote, l'excédent de production est pris sur l'azote gazeux envoyé au condenseur, de sorte que le débit d'azote liquéfié est moindre. Le reflux de la colonne est donc réduit, et le nombre de plateaux théoriques devient insuffisant pour assurer la teneur désirée en tête. IL faut donc envoyer de l'azote liquide en tête de colonne pour rétablir le reflux qui satisfait à la teneur désirée. Pour rétablir le bilan thermique, déséquilibré du fait qu'on envoie du liquide froid dans la colonne, en envoie du liquide riche en quantité équivalente dans le stockage de liquide riche.

Pour une demande réduite en azote, l'excès d'azote est liquéfié dans le condenseur, de sorte que le reflux augmente et que la teneur de tête est meilleure que celle désirée. On ajuste donc le reflux à la teneur désirée de l'azote de tête en envoyant l'excédent de liquide au stockage d'azote liquide. Le bilan thermique est rétabli en envoyant une quantité équivalente de liquide riche du stockage de liquide riche se vaporiser dans le condenseur de tête de la colonne.

Il faut donc pouvoir faire circuler tant l'azote liquide que le liquide riche dans les deux sens à partir des stockages correspondants et vers ces stockage. Dans la technique classique, la pression de la colonne est maintenue constante en permanence. En stockant le liquide riche à une pression intermédiaire entre la pression de la colonne et la basse pression, aucune pompe n'est nécessaire pour la circulation du liquide riche de la cuve de la colonne au stockage et de celui-ci au condenseur de tête.

En revanche, il est nécessaire de disposer deux conduites entre la tête de colonne et le stockage d'azote liquide, et d'équiper une de ces conduites d'une pompe, qu'il faut doubler par sécurité.

L'invention a pour but de simplifier le procédé connu de manière à éliminer toute pompe de circulation d'azote liquide.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé du type précité, caractérisé en ce qu'on fait passer l'azote liquide de la colonne au stockage d'azote liquide et vice-versa via une conduite unique équipée d'un organe réducteur de pression et on maintient à des valeurs constantes la pression des stockages d'azote liquide et de liquide riche.

Suivant un mode de mise en oeuvre, on surveille la pureté de l'azote de production, et on corrige éventuellement cette pureté par action sur un organe de détente du liquide riche vaporisé dans le condenseur de tête.

L'invention a également pour objet une installation destinée à la mise en oeuvre d'un tel procédé. Cette installation, du type comprenant :

- des moyens de compression d'air;
- des moyens d'épuration en eau et en $CO_2$ de l'air comprimé;
- une colonne de rectification équipée d'un condenseur de tête et produisant en tête l'azote gazeux de production et en cuve un liquide, dit liquide riche, constitué d'air enrichi en oxygène;
- une ligne d'échange thermique pour refroidir l'air épuré jusqu'au voisinage de son point de rosée et réchauffer des produits sortant de la colonne;
- un stockage de liquide riche, une première conduite équipée d'une vanne de détente et reliant la cuve de la colonne à ce stockage, et une deuxième conduite équipée d'une vanne de détente et reliant le stockage de liquide riche au condenseur de tête; et
- un stockage d'azote liquide, et des moyens pour envoyer de l'azote liquide de la tête de colonne à ce

stockage et vice et versa;

est caractérisée en ce que la tête de colonne est reliée au stockage d'azote liquide par une conduite de liaison unique équipée d'un organe réducteur de pression et en ce que l'installation comporte des moyens pour maintenir chacun des deux stockages à une pression constante.

Suivant d'autres caractéristiques :

- l'organe réducteur de pression est symétrique par rapport aux deux sens d'écoulement dans la conduite de liaison et est notamment un orifice calibré, une vanne manuelle en position fixe ou un venturi;
- l'installation comprend un organe réglable de détente du liquide riche vaporisé dans le condenseur de tête, et un analyseur de la pureté de l'azote de production commandant cet organe de détente;
- l'organe réducteur de pression est dissymétrique par rapport aux deux sens d'écoulement de la conduite de liaison, et est notamment un convergent suivi d'une vanne manuelle en position fixe.

Un exemple de mise en oeuvre de l'invention va maintenant être décrit en regard du dessin annexé, sur lequel :

- la Figure 1 représente schématiquement une installation de production d'azote gazeux conforme à l'invention; et
- la Figure 2 est un diagramme illustrant le fonctionnement de cette installation.

L'installation représentée sur la Figure 1 est destinée à produire de l'azote gazeux sous une pression de l'ordre de 8 bars absolus, nettement supérieure à la pression d'utilisation. Elle comprend essentiellement un compresseur d'air 1, un adsorbeur 2, une ligne d'échange thermique 3, une colonne de rectification 4 équipée d'un condenseur de tête 5, un stockage de liquide riche 6 et un stockage d'azote liquide 7.

Une première conduite 8 équipée d'une vanne de détente 9 relie la cuve de la colonne au stockage 6. Une deuxième conduite 10 équipée d'une vanne de détente 11 relie le fond du stockage 6 au condenseur 5.

Par ailleurs, une conduite de liaison unique 12 équipée d'un organe réducteur de pression 13 relie le fond du stockage 7 à une goulotte de recueil d'azote liquide prévue en tête de la colonne 4. L'organe 13 est symétrique par rapport aux deux sens d'écoulement possibles dans la conduite 12; il peut être constitué par un orifice calibré, par une vanne manuelle en position fixe ou par un convergent-divergent ou venturi.

Le stockage 6 est maintenu à une pression constante comprise entre celle de la colonne 4 et celle du condenseur 5 par une vanne pilotée 14 montée dans une conduite 15, laquelle part du sommet du stockage 6. De même, le stockage 7 est maintenu à une pression constante par une vanne de mise à l'air 16 montée dans une conduite 17.

En fonctionnement nominal, l'air comprimé en 1 aux environs de 8 bars absolus est épuré en eau et en $CO_2$ en 2 et refroidi en 3 jusqu'au voisinage de son point de rosée, puis introduit via une conduite 18 en cuve de la colonne, où il est séparé en azote à la pureté désirée, dont une partie est soutirée en tête de colonne via une conduite 19 pour être réchauffée dans la ligne d'échange thermique puis récupérée via une conduite 20 en tant que produit, et en "liquide riche" (air enrichi en oxygène) qui se rassemble en cuve. L'azote non soutiré est condensé dans le condenseur 5 pour assurer le reflux de la colonne. Le refroidissement de ce condenseur est obtenu en y envoyant du liquide riche prélevé dans le stockage 6 via la conduite 10 et détendu dans la vanne de détente 11. Le liquide riche vaporisé constitue le gaz résiduaire W de l'installation et est évacué du condenseur 5 via une conduite 21 pour être réchauffé dans la ligne d'échange thermique puis évacué de l'installation via une conduite 22 équipée d'une vanne 23 à ouverture réglable.

Pendant ce fonctionnement nominal, un faible débit d'azote liquide est envoyé en permanence en tête de colonne, à partir du stockage 7, via la conduite 12, pour assurer le maintien en froid de l'installation. Ce "biberonnage" s'obtient par un choix judicieux de la section de passage de l'organe 13 et de la pression de consigne de la vanne 16. En effet, le débit d'azote liquide dans la conduite 17 est

$$Q = k.S.\sqrt{(P1-P2)}\ ,$$

avec

| | |
|---|---|
| k = | constante caractéristique de l'organe 13 et du liquide |
| S = | section de passage de l'organe 13 |
| P1 et P2 = | pressions en amont et en aval de l'organe 13. |

De plus, les débits de liquide riche traversant les vannes 9 et 11 sont régulés respectivement pour maintenir des niveaux constants en cuve de la colonne et dans le condenseur 5.

Lorsque la demande en azote gazeux devient supérieure à la valeur nominale, un débit supplémentaire de gaz est soutiré en tête de colonne. Le débit d'azote à condenser diminue d'autant, et donc également le débit de liquide riche vaporisé dans le condenseur 5.

Par ailleurs, l'accroissement de la demande en azote dans les conduites 19 et 20 réduit la pression de la colonne, de sorte qu'un débit additionnel d'azote liquide passe du stockage 7 à la tête de colonne, via la conduite 12 et l'organe déprimogène 13.

Au total, ceci se traduit par une élévation du niveau du liquide riche dans le stockage 6.

Si le débit d'azote liquide ne suffit pas pour compenser le déficit d'azote condensé en 5, le reflux de la colonne ne permet pas de maintenir la pureté de l'azote produit à la valeur désirée. Cette baisse de pureté est détectée par un analyseur 24 branché sur la conduite 19, lequel augmente l'ouverture de la vanne 23 pour accroître le débit de liquide riche vaporisé et donc le débit d'azote condensé dans le condenseur 5.

Dans le cas d'une installation de plus grande taille maintenue en froid non plus par biberonnage mais par détente du liquide riche vaporisé dans une turbine, l'analyseur 24 agirait sur l'inclinaison des aubages de cette turbine pour maintenir la pureté de l'azote produit.

Inversement, pour des raisons analogues, lorsque la demande en azote gazeux devient inférieure à la valeur nominale, l'augmentation de pression dans la colonne a pour effet de réduire le débit d'azote liquide de biberonnage, ou, si la baisse de la demande est suffisante, de faire passer de l'azote liquide de la tête de la colonne jusque dans le stockage 7, via la conduite 12 et l'organe 13. Il en résulte une baisse du niveau du liquide riche dans le stockage 6.

Dans ce mode de fonctionnement, de nouveau, l'analyseur peut intervenir sur l'ouverture de la vanne 23 (ou sur les aubages de la turbine) pour maintenir à la valeur désirée la pureté de l'azote produit.

La Figure 2 représente la courbe C de variation de la pression de la colonne (en ordonnées) en fonction de la demande en azote gazeux, et plus précisément du rapport (débit d'azote moins débit nominal d'azote)/(débit nominal d'azote) en %. La forme en S de la courbe peut s'expliquer en tenant compte du fait que, en cas de forte demande en azote, la réduction de pression expliquée plus haut favorise la distillation, alors que, inversement, en cas de faible demande en azote, l'augmentation de pression expliquée plus haut rend plus difficile la distillation.

En variante, on peut adopter une régulation simplifiée permettant d'obtenir en permanence une pureté d'azote supérieure ou égale à la valeur désirée.

Pour cela, l'analyseur 24 est supprimé; on utilise un orifice calibré 23 ou une vanne à ouverture fixe (ou une turbine à aubages fixes), et une colonne ayant un nombre de plateaux plus élevé, suffisant pour donner une marge de sécurité sur la distillation.

La détente du liquide riche vaporisé dans cet orifice 23 étant sonique, le débit de ce gaz est proportionnel à la pression dans la condenseur 5, laquelle est liée à la pression de la colonne par le fonctionnement du condenseur.

On peut ainsi, au moyen d'un orifice calibré 13 dissymétrique, obtenir deux droites de fonctionnement D1, D2, respectivement pour des demandes en azote inférieures et supérieures au débit nominal, situées entièrement au-dessous de la courbe C, comme indiqué en trait mixte à la Figure 2. Ceci garantit l'obtention d'une pureté d'azote au moins égale à la valeur désirée, puisqu'une réduction de pression de la colonne favorise la distillation.

Un tel orifice 13 dissymétrique peut en particulier être constitué par un convergent de section décroissant vers la colonne, suivi d'une vanne de laminage manuelle.

Dans ce cas, l'orifice 23 est de préférence constitué par une vanne manuelle en position fixe.

Dans tous les cas, on prévoit dans la conduite 20 une vanne de sécurité (non représentée) qui se ferme en cas de dégradation de la pureté de l'azote produit.

Afin d'éliminer l'influence (toujours faible) des variations de la hauteur de liquide dans le stockage 7, la régulation de pression dans celui-ci peut être réalisée à partir de la pression de cuve de ce stockage.

L'organe de réduction de pression 13 est éventuellement un organe déprimogène.

## Revendications

1. Procédé de production d'azote gazeux à débit variable et à teneur sensiblement constante, du type dans lequel :

   - on refroidit jusqu'au voisinage de son point de rosée de l'air comprimé épuré en eau et en $CO_2$, et on l'introduit en cuve d'une colonne de rectification (4) qui produit en tête l'azote gazeux de production et en cuve un liquide, dit liquide riche, constitué d'air enrichi en oxygène ;
   - on liquéfie une partie de l'azote de tête de la colonne par vaporisation dans un condenseur de tête (5) de la colonne de liquide riche détendu à une basse pression ;
   - lorsque la demande en azote gazeux est supérieure à la demande nominale, la pression de la colonne est réduite, on envoie de l'azote liquide en tête de colonne à partir d'un stockage d'azote liquide (7), et on stocke du liquide riche (6) dans un stockage de liquide riche relié d'une part à la cuve de la colonne et d'autre part audit condenseur de tête ; et
   - lorsque la demande en azote gazeux est inférieure à la demande nominale, la pression de la colonne est augmentée, on envoie de l'azote liquide de la tête de colonne au stockage d'azote liquide (7) et on réduit le niveau du liquide riche (6) du stockage de liquide riche,

   caractérisé en ce qu'on fait passer l'azote liquide de la colonne (4) au stockage d'azote liquide (7) et vice-versa via une conduite unique (12) équipée d'un organe réducteur de pression (13), et on maintient à des valeurs constantes la pression des stockages d'azote liquide (7) et de liquide riche (6).

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce

qu'on surveille (en 24) la pureté de l'azote de production, et on corrige éventuellement cette pureté par action sur un organe (23) de détente du liquide riche vaporisé dans le condenseur de tête (5).

**3.** Installation pour la mise en oeuvre du procédé selon la revendications 1 ou 2, comprenant :

- des moyens (1) de compression d'air;
- des moyens (2) d'épuration en eau et en $CO_2$ de l'air comprimé ;
- une colonne de rectification (4) équipée d'un condenseur de tête (5) et produisant en tête l'azote gazeux de production et en cuve un liquide, dit liquide riche, constitué d'air enrichi en oxygène ;
- une ligne d'échange thermique (3) pour refroidir l'air épuré jusqu'au voisinage de son point de rosée et réchauffer des points sortant de la colonne ;
- un stockage de liquide riche (6), une première conduite (8) équipée d'une vanne de détente (9) et reliant la cuve de la colonne à ce stockage, et une deuxième conduite (10) équipée d'une vanne de détente (11) et reliant le stockage de liquide riche au condenseur de tête ; et
- un stockage d'azote liquide (7), et des moyens pour envoyer de l'azote liquide de la tête de colonne à ce stockage et vice-versa,

caractérisée en ce que la tête de colonne est reliée au stockage d'azote liquide (7) par une conduite de liaison unique (12) équipée d'un organe réducteur de pression (13), et en ce que l'installation comporte des moyens (14, 16) pour maintenir chacun des deux stockages (6, 7) à une pression constante.

**4.** Installation selon la revendication 3, caractérisée en ce que l'organe réducteur de pression (13) est symétrique par rapport aux deux sens d'écoulement dans la conduite de liaison (12), et est notamment un orifice calibré, une vanne manuelle en position fixe ou un venturi.

**5.** Installation suivant la revendication 4, caractérisé en ce qu'elle comprend un organe (23) réglable de détente du liquide riche vaporisé dans le condenseur de tête (5), et un analyseur (24) de la pureté de l'azote de production commandant cet organe de détente.

**6.** Installation suivant la revendication 4, caractérisé en ce que l'organe réducteur de pression 13 est dissymétrique par rapport aux deux sens d'écoulement de la conduite de liaison, et est notamment un convergent suivi d'une vanne manuelle en position fixe.

**Patentansprüche**

**1.** Verfahren zur Herstellung gasförmigen Stickstoffs in veränderlichen Mengen und mit im wesentlichen konstantem Gehalt, bei dem

- von Wasser und $CO_2$ gereinigte, verdichtete Luft bis in die Nähe ihres Taupunkts abgekühlt und in den Sumpf einer Rektifikationskolonne (4) eingeleitet wird, die im Kopf gasförmigen Produktionsstickstoff und im Sumpf eine aus mit Sauerstoff angereicherter Luft bestehende, reiche Flüssigkeit erzeugt;
- ein Teil des Stickstoffs aus dem Kopf der Kolonne durch Verdampfen von auf einen niedrigen Druck entspannter, reicher Flüssigkeit in einem Kopfkondensator (5) der Kolonne verflüssigt wird;
- dann, wenn der Bedarf an gasförmigem Stickstoff größer ist als der Nennbedarf, der Druck der Kolonne verringert, flüssiger Stickstoff aus einem Flüssigstickstoffspeicher (7) in den Kopf der Kolonne geleitet und reiche Flüssigkeit (6) in einem Speicher für reiche Flüssigkeit, der zum einen mit dem Sumpf der Kolonne und zum anderen mit dem Kopfkondensator verbunden ist, gespeichert wird; und
- dann, wenn der Bedarf an gasförmigem Stickstoff kleiner ist als der Nennbedarf, der Druck der Kolonne erhöht, flüssiger Stickstoff aus dem Kopf der Kolonne in den Flüssigstickstoffspeicher (7) geleitet und der Pegel der reichen Flüssigkeit (6) im Speicher für reiche Flüssigkeit verringert wird,

dadurch gekennzeichnet, daß der flüssige Stickstoff der Kolonne (4) über eine einzige, mit einem Druckreduzierorgan (13) versehene Leitung (12) in den Flüssigstickstoffspeicher (7) und aus diesem heraus geleitet und der Druck der Speicher für flüssigen Stickstoff (7) und reiche Flüssigkeit (6) auf konstanten Werten gehalten wird.

**2.** Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Reinheit des Produktionsstickstoff (bei 24) überwacht und diese Reinheit durch Betätigen eines Organs (23) zum Entspannen der in dem Kopfkondensator (5) verdampften, reichen Flüssigkeit gegebenenfalls korrigiert wird.

**3.** Vorrichtung zur Anwendung des Verfahrens nach Anspruch 1 oder 2, umfassend:

- Mittel (1) zum Verdichten von Luft;
- Mittel (2) zum Reinigen der verdichteten Luft von Wasser und $CO_2$;
- eine Rektifikationskolonne (4), die mit einem Kopfkondensator (5) versehen ist, im Kopf den

gasförmigen Produktionsstickstoff und im Sumpf eine aus mit Sauerstoff angereicherter Luft bestehende, reiche Flüssigkeit erzeugt;

- eine Wärmeaustauschleitung (3) zum Kühlen der gereinigten Luft bis in die Nähe ihres Taupunkts und zum Erwärmen von Kolonnenauslaßpunkten;
- einen Speicher (6) für reiche Flüssigkeit, eine erste Leitung (8), die mit einem Druckminderventil (9) versehen ist und den Sumpf der Kolonne mit diesem Speicher verbindet, und eine zweite Leitung (10), die mit einem Druckminderventil (11) versehen ist und den Speicher für reiche Flüssigkeit mit dem Kopfkondensator verbindet; und
- einen Flüssigstickstoffspeicher (7) und Mittel zum Leiten gasförmigen Stickstoffs aus dem Kopf der Kolonne in diesen Speicher und aus diesem heraus,

dadurch gekennzeichnet, daß der Kopf der Kolonne über eine einzige, mit einem Druckreduzierorgan (13) versehene Verbindungsleitung (12) mit dem Flüssigstickstoffspeicher (7) verbunden ist, und daß die Vorrichtung Mittel (14, 16) umfaßt, die jeden der beiden Speicher (6, 7) auf einem konstanten Druck halten.

**4.** Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Druckreduzierorgan (13) in bezug auf die beiden Fließrichtungen in der Verbindungsleitung (12) symmetrisch und bevorzugt eine kalibrierte Öffnung, ein ortsfest angeordnetes, handbedienbares Ventil oder ein Venturirohr ist.

**5.** Vorrichtung nach Anspruch 4, gekennzeichnet durch ein regelbares Organ (23) zum Entspannen der in dem Kopfkondensator (5) verdampften, reichen Flüssigkeit, und einen dieses Entspannungsorgan steuernden Produktionsstickstoff-Reinheitsanalysator (24).

**6.** Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Druckreduzierorgan (13) in bezug auf die beiden Fließrichtungen der Verbindungsleitung unsymmetrisch und bevorzugt eine Verengung ist, auf die ein ortsfest angeordnetes, handbedienbares Ventil folgt.

## Claims

**1.** Process for producing gaseous nitrogen at a variable flow rate and substantially constant content, of the type in which :

- compressed air, purified from water and $CO_2$ is cooled close to its dew point, and is introduced into the vessel of a fractionation column (4) which produces gaseous production nitrogen at its head and a liquid in its vessel, a so-called rich liquid, consisting of air enriched in oxygen;
- part of the nitrogen from the head of the column is liquefied by vaporizing rich liquid expanded to a low pressure, in a condenser (5) at the head of the column ;
- when the demand for gaseous nitrogen is greater than the nominal demand, the column pressure is reduced, liquid nitrogen is conveyed to the head of the column from a liquid nitrogen storage reservoir (7), and rich liquid (6) is stored in a rich liquid storage reservoir connected on the one hand to the vessel of the column and on the other hand to the said head condenser; and
- when the demand for gaseous nitrogen is lower than the nominal demand, the column pressure is increased, liquid nitrogen is conveyed from the head of the column to the liquid nitrogen storage reservoir (7) and the level of rich liquid in the rich liquid storage reservoir is reduced,

characterized in that liquid nitrogen is caused to pass from the column (4) to the liquid nitrogen storage reservoir (7) and vice versa via a single pipe (12) provided with a pressure reducing device (13), and the pressures of the storage reservoirs for liquid nitrogen (7) and rich liquid (6) are maintained at constant values.

**2.** Process according to claim 1, characterized in that the purity of the production nitrogen is monitored (in 24), and this purity is corrected as required by operating a device (23) for expanding rich liquid vaporized in the head condenser (5).

**3.** Installation for putting the process according to claims 1 or 2 into practice, comprising :

- means (1) for compressing air;
- means (2) for purifying the compressed air from water and $CO_2$;
- a fractionation column (4) provided with a head condenser (5) and producing gaseous production nitrogen at the head and a liquid, so-called rich liquid, in the vessel, consisting of air enriched in oxygen;
- a heat exchange line (3) for cooling the purified air close to its dew point and for reheating points leaving the column;
- a rich liquid storage reservoir (6), a first pipe (8) provided with an expansion valve (9) and connecting the vessel of the column to this storage reservoir, and a second pipe (10) provided with an expansion valve (11) and connecting the rich liquid storage reservoir to the head condenser;

and

- a liquid nitrogen storage reservoir (7) and means for conveying liquid nitrogen from the column head to this storage reservoir and vice versa;

characterized in that the column head is connected to the liquid nitrogen storage reservoir (7) by a single connecting pipe (12) provided with a pressure reducing device (13), and in that the installation comprises means (14, 16) for maintaining each of the two storage reservoirs (6, 7) at a constant pressure.

**4.** Installation according to claim 3, characterized in that the pressure reducing device (13) is symmetrical with respect to the two directions of flow in the connecting pipe (12), and is in particular a calibrated orifice, a manually operated valve in a fixed position or a venturi.

**5.** Installation according to claim 4, characterized in that it comprises an adjustable device (23) for expanding the rich liquid vaporized in the head condenser (5), and an analyser (24) of the purity of the production nitrogen controlling this expansion device.

**6.** Installation according to claim 4, characterized in that the device for reducing the pressure (13) is asymmetrical with respect to the two directions of flow of the connecting pipe, and is in particular a taper followed by a manual valve in a fixed position.

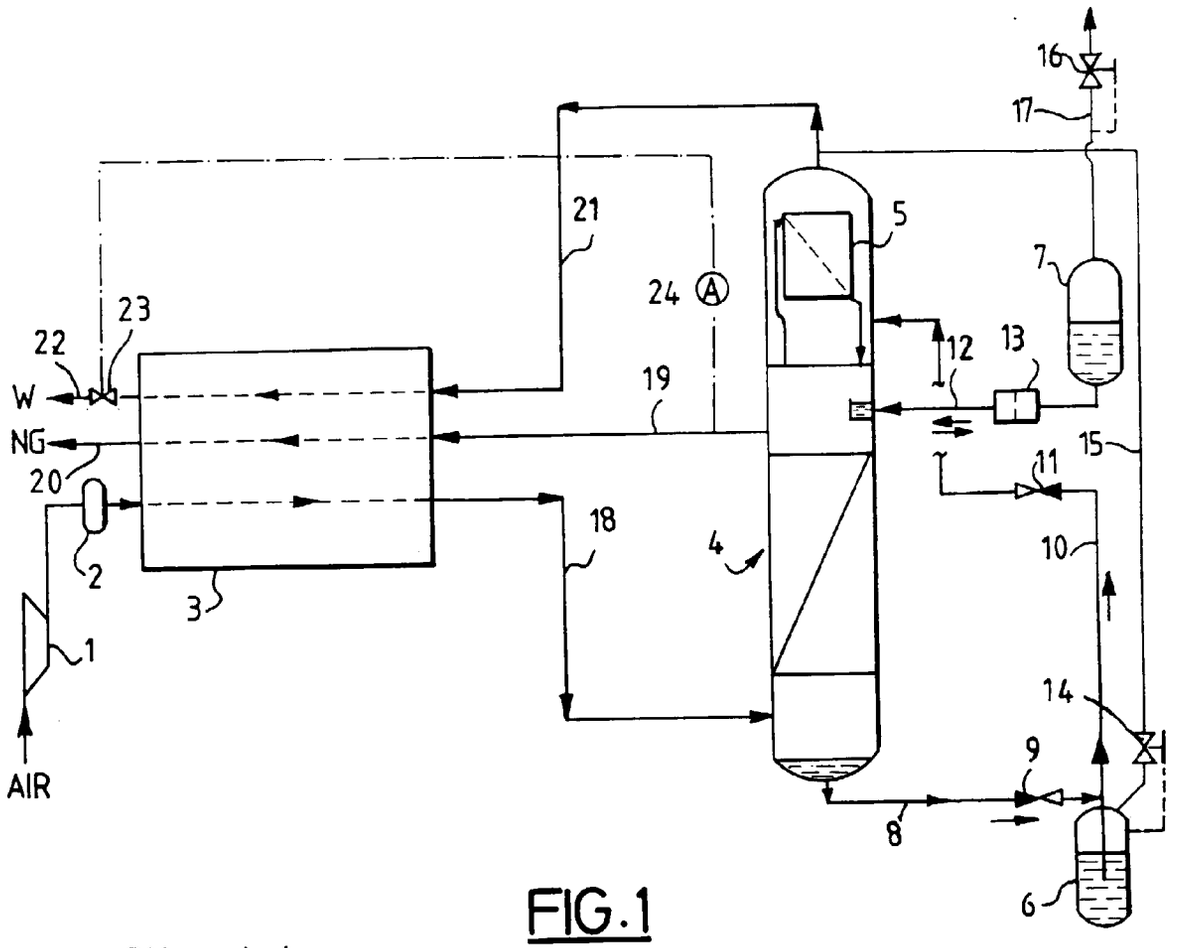

16
17
21
5
7
24
A
23
22
W
NG
20
19
12
13
15
11
18
4
10
2
3
1
AIR
14
9
8
6

FIG.1

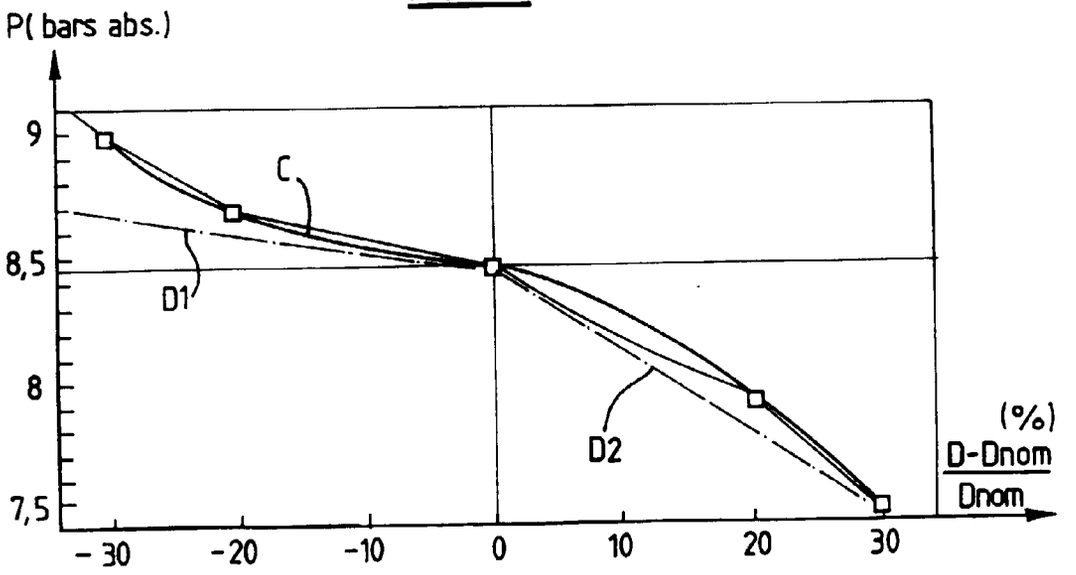

P( bars abs.)
9
8,5
8
7,5
C
D1
D2
-30
-20
-10
0
10
20
30
(%)
D-Dnom
Dnom

FIG.2