

(19)



(11)

**EP 2 564 110 B1**

(12)

**FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention de la délivrance du brevet:  
**05.05.2021 Bulletin 2021/18**

(51) Int Cl.:  
**F17C 5/02 (2006.01) F17C 5/04 (2006.01)**  
**F17C 9/00 (2006.01) F17C 13/02 (2006.01)**

(21) Numéro de dépôt: **11704649.0**

(86) Numéro de dépôt international:  
**PCT/FR2011/050075**

(22) Date de dépôt: **17.01.2011**

(87) Numéro de publication internationale:  
**WO 2011/135210 (03.11.2011 Gazette 2011/44)**

(54) **PROCÉDÉ DE REMPLISSAGE RAPIDE D'UN RÉSERVOIR AVAL EN LIQUIDE CRYOGÉNIQUE À PARTIR D'UN STOCKAGE AMONT**

VERFAHREN ZUR SCHNELLEN BEFÜLLUNG EINES NACHGESCHALTETEN TANKS MIT KRYOGENER FLÜSSIGKEIT AUS EINEM VORGESCHALTETEN SPEICHER

METHOD FOR RAPIDLY FILLING A DOWNSTREAM TANK WITH CRYOGENIC LIQUID FROM AN UPSTREAM STORE

(84) Etats contractants désignés:  
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR**

(30) Priorité: **27.04.2010 FR 1053199**

(43) Date de publication de la demande:  
**06.03.2013 Bulletin 2013/10**

(73) Titulaire: **L'Air Liquide Société Anonyme pour l'Etude et l'Exploitation des Procédés Georges Claude 75007 Paris (FR)**

(72) Inventeurs:  
• **BERNARD, Jean-Pierre 78280 Guyancourt (FR)**  
• **POUCHAIN, Olivier 44400 Reze (FR)**

(74) Mandataire: **Air Liquide L'Air Liquide S.A. Direction de la Propriété Intellectuelle 75, Quai d'Orsay 75321 Paris Cedex 07 (FR)**

(56) Documents cités:  
**EP-A1- 1 600 686 EP-A2- 1 180 637**  
**FR-A1- 2 841 963**

**EP 2 564 110 B1**

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

## Description

**[0001]** La présente invention concerne le domaine des procédés de remplissage en liquide cryogénique tel l'azote liquide d'un réservoir aval, à partir d'un stockage amont.

**[0002]** Elle s'intéresse plus particulièrement aux méthodes permettant un remplissage rapide.

**[0003]** On trouve de telles opérations de remplissage par exemple pour le remplissage de réservoirs présents dans des camions utilisés pour le transport et la distribution de produits thermosensibles, tels les produits pharmaceutiques et les produits alimentaires.

**[0004]** De façon traditionnelle, le fluide cryogénique, par exemple l'azote liquide est disponible dans un stockage amont de grande capacité, raccordé à un équipement consommateur de ce fluide en aval tel le réservoir d'un camion, le stockage amont contenant sous une pression de stockage supérieure à la pression atmosphérique, le fluide cryogénique en phase liquide au fond du réservoir et en phase gazeuse au sommet du réservoir, ce stockage étant adapté pour d'une part alimenter l'équipement consommateur aval en liquide qui est soutiré au fond du stockage, et d'autre part pour être approvisionné depuis l'extérieur en fluide.

**[0005]** On utilise le plus couramment des stockages dits « à basse pression de stockage », c'est-à-dire dont la pression maximale atteinte au sommet du réservoir est en général inférieure à environ 4 bars absolus, classiquement 1,5 bar relatif de pression au sommet du stockage.

**[0006]** Pour procéder au transfert rapide du fluide entre ce stockage amont et un tel point aval, par exemple un réservoir à remplir, on utilise couramment une pompe cryogénique, pour augmenter la pression amont lors du transfert vers le réservoir cryogénique situé en aval (figure 1 ci-après annexée).

**[0007]** Mais on sait que l'utilisation de telles pompes cryogéniques peut présenter des inconvénients en termes de coût, d'obligations de maintenance, et de contraintes opérationnelles spécifiques telles que la mise en froid avant utilisation. Une pompe cryogénique comprend en effet des pièces tournantes qui nécessitent un entretien spécifique.

**[0008]** Une autre solution a été proposée qui consiste à utiliser une capacité intermédiaire de transfert qui sera pressurisée avant le remplissage final vers le réservoir aval. Cette solution implique l'utilisation d'un réservoir additionnel, d'où une contrainte d'encombrement et un mode de fonctionnement qui va fortement dépendre du procédé en aval (mise en pression avant utilisation et gestion du remplissage lorsqu'il est vide....).

**[0009]** Une autre solution a été proposée qui consiste à maintenir le stockage cryogénique en amont à la pression d'utilisation lors du transfert mais on sait qu'alors, du fait des caractéristiques de comportement des fluides cryogéniques, dans ces conditions le fluide tendra à se diriger vers la température d'équilibre à la pression du stockage, ce qui donnera lieu à la création de diphasique lors du transfert donc à une réduction du débit lié à la présence du gaz dans l'écoulement (à titre illustratif, 1% de diphasique massique en azote = ratio masse gaz/masse totale équivaut à un taux de vide de 50% i. e. la section occupée par le gaz / section totale) . Le document FR 2 841 963 divulgue un exemple de procédé de transfert selon l'art antérieur.

**[0010]** Un des objectifs de la présente invention est alors de proposer une nouvelle approche de remplissage rapide, permettant d'apporter une solution aux problèmes techniques identifiés ci-dessus.

**[0011]** Comme on le verra plus en détail dans ce qui suit, la présente invention propose une nouvelle méthode de remplissage ainsi que définie par la revendication 1 et dont les caractéristiques essentielles peuvent être résumées ainsi :

- on utilise le stockage amont directement, sans intervention d'une capacité additionnelle ;
- on met en place une différence de pression entre le stockage amont et le point aval, en établissant au niveau de ce stockage amont une « surpression », à savoir en le pressurant à une pression supérieure à la pression d'équilibre correspondante à la température du fluide cryogénique du stockage, et en maintenant par des moyens de contrôle/régulation une telle pression supérieure, ce qui va permettre de transférer du liquide sous-refroidi par rapport à sa pression de transfert et donc d'effectuer des remplissages avec des débits plus importants, en limitant les pertes par vaporisation lors du transfert liées aux pertes de charge de l'installation et aux entrées thermiques (le temps de remontée en température du liquide étant suffisamment long par rapport à son temps de séjour dans le stockage amont entre deux remplissages) ;
- pour cela, selon un mode préféré de mise en œuvre de l'invention, on met en place sur le stockage amont ou on associe au stockage amont un dispositif de contrôle, apte à gérer de façon automatisée la pression d'alimentation en liquide cryogénique du stockage amont en pied de cuve (phase liquide), et la température du liquide cryogénique stocké, pour maintenir la phase gaz de ce stockage amont à une telle pression supérieure à la pression d'équilibre du stockage.

**[0012]** La présente invention concerne alors un procédé de remplissage en liquide cryogénique d'au moins un réservoir aval, à partir d'un stockage amont, stockage amont qui contient, sous une pression de stockage supérieure à la pression atmosphérique, le fluide cryogénique en phase liquide au fond du stockage et en phase gazeuse au sommet du stockage, ledit stockage amont étant adapté pour alimenter le réservoir aval en liquide soutiré à partir du fond du stockage, ainsi

## EP 2 564 110 B1

que pour être approvisionné depuis l'extérieur en fluide, se caractérisant en ce que l'on met en place et l'on maintient une différence de pression entre le stockage amont et le réservoir aval, en établissant au niveau de la phase gaz du stockage amont une pression supérieure à la pression d'équilibre du stockage.

5 [0013] Selon un des modes de mise en œuvre de l'invention, on met en place et l'on maintient au niveau de la phase gaz du stockage amont un niveau de pression égal à :

$$P_g = \Delta P + P_l - \rho g h$$

10 où :

- $P_g$  est la pression maintenue dans le ciel gazeux du stockage ;
- $\Delta P$  est la perte de charge dans la ligne entre stockage amont et réservoir aval ;
- $P_l$  est la pression du liquide dans la ligne ;
- 15 -  $\rho$  est la masse volumique du liquide stocké;
- $g = 9,81 \text{ m/s}^2$  ;
- et  $h$  est la hauteur de liquide disponible.

20 [0014] D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention apparaîtront plus clairement dans la description suivante, donnée à titre illustratif mais nullement limitatif, faite en relation avec les dessins annexés pour lesquels :

- la figure 1 est une vue schématique partielle d'une installation traditionnelle de remplissage d'un réservoir aval en azote liquide à partir d'un stockage amont, mettant en œuvre une pompe cryogénique ;
- la figure 2 est une vue schématique partielle d'une installation de remplissage rapide dont le procédé d'exploitation est conforme à l'invention.

30 [0015] On reconnaît sur la figure 1 la structure traditionnelle d'une telle installation de remplissage, avec présence sur la ligne d'un moyen de pressurisation du liquide extrait du stockage en pied de cuve et transporté vers le réservoir aval, structure bien connue et qui en conséquence ne sera pas décrite ici plus avant.

35 [0016] La figure 2 illustre quant à elle une installation dont le procédé d'exploitation est conforme à l'invention, qui ne comporte pas un tel moyen de pressurisation, mais qui en revanche comporte un dispositif de contrôle, apte à agir de façon automatisée sur la pression d'alimentation en liquide cryogénique du stockage amont en pied de cuve et sur la température du liquide cryogénique stocké, en réponse à une mesure de la pression de la phase gaz du stockage amont et de la position de cette mesure par rapport à la pression d'équilibre du stockage, pour maintenir une différence de pression entre le stockage amont et le réservoir aval, en maintenant cette pression de la phase gaz à un niveau supérieur à la pression d'équilibre du stockage correspondante à la température du fluide cryogénique du stockage.

40 [0017] A titre d'exemple, la pression de transfert du fluide cryogénique est ajustée à la valeur nominale souhaitée, par exemple 5 bar relatif pour une application donnée en azote liquide en aval, la température du fluide est par ailleurs contrôlée par rapport à une valeur de référence dans des conditions données, par exemple  $-187^\circ\text{C}$  qui correspond à une pression d'équilibre de 1,5 bar relatif. Si après une période d'utilisation, l'écart de température par rapport à la valeur de consigne est supérieur à l'hystérésis paramétrée, une nouvelle consigne de pression est insérée dans le contrôleur afin de réduire la pression de ciel gazeux associée et par conséquent de limiter le réchauffement du fluide dans le stockage lors des périodes non-opérationnelles des transferts. Le système se remet à la pression d'utilisation en prévision d'une réutilisation opérationnelle de l'installation de transfert rapide. Le dispositif de contrôle permet ainsi une gestion paramétrable des données de pression, température et heure afin d'optimiser les consommations globales de l'installation.

45 [0018] Le tableau de résultats d'expérimentations ci-dessous permet de mieux visualiser les avantages de telles conditions conformes à l'invention.

50 [0019] Ce tableau indique des temps de remplissage obtenus pour 410 litres d'azote liquide transférés de l'amont à l'aval, pour différentes conditions opératoires :

- des deltas de pression entre l'amont et l'aval de 1, 2 ou 3 bar ;
- en combinaison avec des températures régulées de la phase liquide du stockage amont de  $-177^\circ\text{C}$ ,  $-181$ ,  $-187$  ou  $-191^\circ\text{C}$  ;
- 55 - dans chaque cas, la valeur «  $P_{\text{sat}}$  » représente la pression d'équilibre de l'azote à la température de liquide considérée.

[0020] Pour chaque condition opératoire, le tableau fournit le temps de remplissage ainsi que le débit moyen mis en

## EP 2 564 110 B1

œuvre.

**[0021]** Ainsi à titre d'exemple pour un delta de 3 bar ( $P_{\text{amont}} = 5$  bar et  $P_{\text{aval}} = 2$  bars) avec une température du liquide régulée à  $-187^{\circ}\text{C}$ , on remplit en 3,7 minutes les 410 litres d'un réservoir aval, avec un débit moyen de 110,8 l/min.

5

**Tableau 1**

10

15

Différence de pression (bar)	Temps de remplissage pour 410 litres et débit moyen mis en œuvre			
	$T_1 = -191^{\circ}\text{C}$ $P_{\text{sat}} = 0.7$ bar	$T_1 = -187^{\circ}\text{C}$ $P_{\text{sat}} = 1.5$ bar	$T_1 = -181^{\circ}\text{C}$ $P_{\text{sat}} = 3.2$ bar	$T_1 = -177^{\circ}\text{C}$ $P_{\text{sat}} = 4.8$ bar
1	6.6 mn 62.1 l/mn	7.3 mn 56.2 l/mn	8.3 mn 49.4 l/mn	9 mn 45.6 l/mn
2	4 mn 102.5 l/mn	4.8 mn 85.4 l/mn	6.2 mn 66.1 l/mn	7.3 mn 56.2 l/mn
3	3 mn 136.7 l/mn	3.7 mn 110.8 l/mn	5.2 mn 78.8 l/mn	6.4 mn 64.1 l/mn

20

**[0022]** On peut déduire de ce tableau les enseignements suivants :

25

- les colonnes 3 et 4 ( $-181^{\circ}\text{C}$ ,  $-177^{\circ}\text{C}$ ) démontrent effectivement une dégradation du débit (exemples comparatifs) ;
- les essais de la colonne 1 sont conformes à l'invention, mais l'on peut avancer qu'ils représentent une mise en œuvre certes possible mais plus coûteuse ;
- les essais de la colonne 2 ( $-187^{\circ}\text{C}$ , delta de pression de 2 ou 3 bar) représentent un très bon compromis, de performances, et de coût de mise en œuvre pour l'application et l'installation alimentée ici.

### Revendications

30

1. Procédé de remplissage en liquide cryogénique d'au moins un réservoir aval, à partir d'un stockage amont, stockage amont qui contient, sous une pression de stockage supérieure à la pression atmosphérique, le fluide cryogénique en phase liquide au fond du stockage et en phase gazeuse au sommet du stockage, ledit stockage amont étant adapté pour alimenter le réservoir aval en liquide soutiré à partir du fond du stockage, ainsi que pour être approvisionné depuis l'extérieur en fluide, dans lequel on met en place et on maintient une différence de pression entre le

35

stockage amont et le réservoir aval, en établissant au niveau de la phase gaz du stockage amont une pression supérieure à la pression d'équilibre du stockage, ceci de la manière suivante :

40

- on dispose d'un dispositif de contrôle, apte à gérer de façon automatisée la pression d'alimentation en liquide cryogénique du stockage amont en pied de cuve et la température du liquide cryogénique stocké, en réponse à une mesure de la pression de la phase gaz du stockage amont et de la position de cette mesure par rapport à la pression d'équilibre du stockage ;

45

- on maintient la pression de la phase gaz du stockage amont à une pression supérieure à la pression d'équilibre du stockage en agissant sur la pression d'alimentation en liquide cryogénique du stockage amont en pied de cuve et sur la température du liquide cryogénique stocké,

où :

50

- si après une période d'utilisation, i.e lors d'une période non opérationnelle de transfert, l'écart de la température du liquide cryogénique stocké par rapport à une valeur de consigne choisie est supérieur à une hystérésis paramétrée, on insère une nouvelle consigne de pression dans le système de contrôle afin de réduire la pression de ciel gazeux associée ;

- puis en prévision d'une réutilisation opérationnelle de transfert rapide on remet en pression le ciel gazeux à une pression d'utilisation.

### Patentansprüche

55

1. Verfahren zur Befüllung mindestens eines nachgeschalteten Tanks mit kryogener Flüssigkeit aus einem vorgeschalteten Speicher, wobei der vorgeschaltete Speicher die kryogene Flüssigkeit mit einem Speicherdruck größer

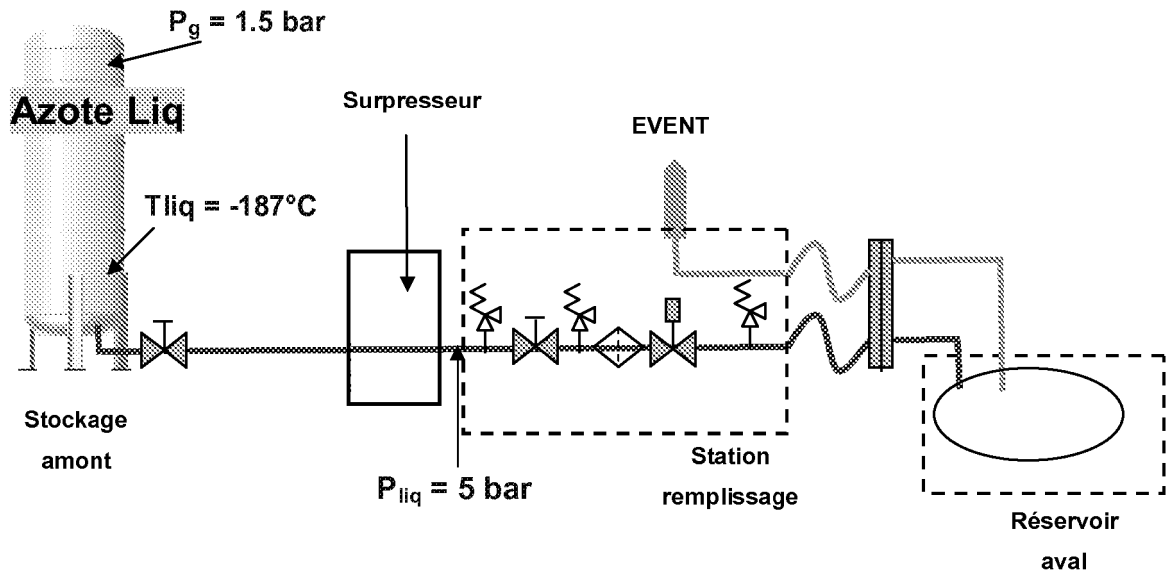
als dem Atmosphärendruck in flüssiger Phase im unteren Bereich des Speichers und in gasförmiger Phase im oberen Bereich des Speichers enthält, wobei der vorgeschaltete Speicher dazu angepasst ist, den nachgeschalteten Tank mit Flüssigkeit, die aus dem unteren Speicherbereich entnommen wird, zu versorgen und von außen mit Flüssigkeit beliefert zu werden, wobei zwischen dem vorgeschalteten Speicher und dem nachgeschalteten Tank ein Druckunterschied etabliert und gehalten wird, indem im Bereich der gasförmigen Phase des vorgeschalteten Speichers ein Druck hergestellt wird, der größer als der Gleichgewichtsdruck des Speichers ist, und zwar auf die folgende Weise:

- Verfügen über eine Steuervorrichtung, die dazu fähig ist, den Druck zur Versorgung mit kryogener Flüssigkeit des vorgeschalteten Speichers am Behälterboden und die Temperatur der gespeicherten kryogenen Flüssigkeit automatisiert zu verwalten, als Reaktion auf eine Messung des Drucks der gasförmigen Phase des vorgeschalteten Speichers und der Position dieser Messung mit Bezug auf den Gleichgewichtsdruck des Speichers;
- Halten des Drucks der gasförmigen Phase des vorgeschalteten Speichers auf einem Druck, der größer als der Gleichgewichtsdruck des Speichers ist, indem auf den Druck zur Versorgung mit kryogener Flüssigkeit des vorgeschalteten Speichers am Behälterboden und auf die Temperatur der gespeicherten kryogenen Flüssigkeit eingewirkt wird, wobei:
  - wenn nach einem Einsatzzeitraum, d. h. während eines nichtoperativen Transferzeitraums, die Differenz zwischen der Temperatur der gespeicherten kryogenen Flüssigkeit und einem ausgewählten Sollwert größer als eine parametrisierte Hysterese ist, ein neuer Drucksollwert in das Steuersystem eingegeben wird, um den assoziierten Druck im Gasraum zu reduzieren;
  - dann im Hinblick auf einen erneuten operativen Einsatz für einen schnellen Transfer der Gasraum wieder auf einen Einsatzdruck gebracht wird.

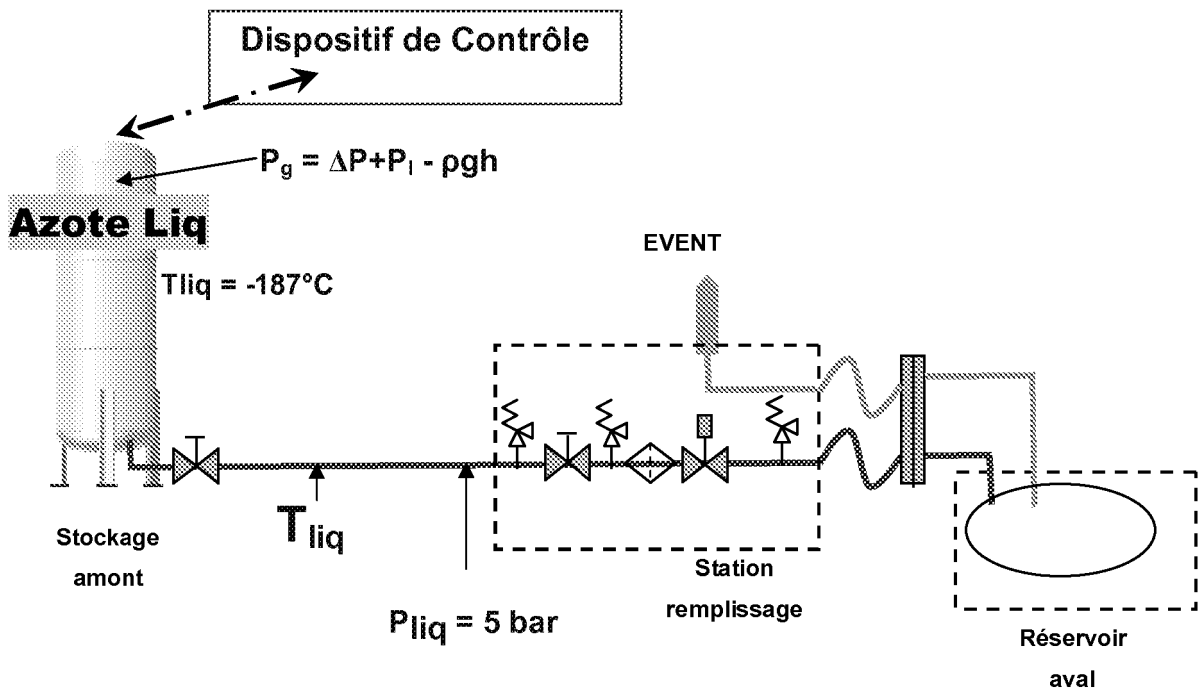
## Claims

1. Process for filling at least one downstream tank with a cryogenic liquid from an upstream storage tank, which upstream storage tank contains, under a storage pressure higher than atmospheric pressure, the cryogenic fluid in liquid phase at the bottom of the storage tank and in gas phase at the top of the storage tank, said upstream storage tank being designed to supply the downstream tank with liquid extracted from the bottom of the storage tank, and to be supplied from the exterior with fluid, in which a pressure difference is created and maintained between the upstream storage tank and the downstream tank, by establishing, in the gas phase in the upstream storage tank, a pressure that is higher than the equilibrium pressure in the storage tank, this being in the following manner:

- a control device is provided, able to automatically manage the supply pressure of the cryogenic liquid in the upstream storage tank at the foot of the tank and the temperature of the stored cryogenic liquid, in response to a measurement of the pressure of the gas phase in the upstream storage tank and the position of this measurement relative to the equilibrium pressure in the storage tank;
- the pressure of the gas phase in the upstream storage tank is maintained at a pressure that is higher than the equilibrium pressure in the storage tank by acting on the supply pressure of the cryogenic liquid in the upstream storage tank at the foot of the tank and on the temperature of the stored cryogenic liquid, where:
  - if after a period of use, i.e. during an idle period during the transfer, the temperature difference of the stored cryogenic liquid with respect to a chosen setpoint value is greater than a configured hysteresis, a new pressure setpoint is delivered to the control system in order to reduce the associated gas headspace pressure;
  - then in anticipation of operational reuse of rapid transfer, the gas headspace is repressurized to an operating pressure.



**Figure 1**



**Figure 2**

**RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION**

*Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.*

**Documents brevets cités dans la description**

- FR 2841963 [0009]