

Méthode de contrôle sur site de la qualité des gaz livrés sur un site industriel consommateur utilisant la technique de la conductivité thermique

La présente invention concerne le domaine du contrôle de la qualité (de l'« identité ») des gaz industriels livrés sur un site industriel consommateur, tout particulièrement dans l'industrie alimentaire et pharmaceutique.

Ces industries sont notamment concernées par les gaz suivants : l'azote, l'oxygène, le CO₂, ou encore l'argon et le protoxyde d'azote, seuls ou en mélanges.

Il apparaît en effet que ces industries mettent en œuvre de plus en plus d'exigences réglementaires, où l'acceptabilité d'une livraison de gaz sur le seul certificat d'analyse fourni par le gazier ne suffit plus (certificat qui tenait compte de tests réalisés en amont dans les propres laboratoires du gazier). Ces industries exigent maintenant la réalisation de tests de conformité (quel gaz ? quelle teneur d'un gaz dans un mélange ? etc...) sur leur site industriel, lors de la livraison (à réception).

Ces tests réalisés sur le site industriel considéré, lors de la livraison, nécessitent dès lors un temps important, obligeant le camion de livraison à attendre le résultat des tests, souvent plusieurs heures (à l'aide des méthodes classiques mentionnées dans les pharmacopées), avant d'achever sa livraison et de se diriger vers son client suivant. Ceci représente incontestablement une perte de temps très préjudiciable pour le gazier qui livre, mais aussi un coût, et une perte de temps, et de main d'œuvre, pour l'entreprise cliente.

Un des objectifs de la présente invention est alors de proposer une nouvelle méthode de contrôle sur site de la qualité (on peut aussi dire de l'« identité ») des gaz livrés sur un site industriel consommateur.

Comme on le verra plus en détails dans ce qui suit, l'invention propose de réaliser sur le site de l'industriel livré, lors de la livraison, un contrôle du gaz ou mélange livré, par la technique de la conductivité thermique.

Selon un des modes de mise en oeuvre de l'invention, on dispose lors de la livraison, d'un dispositif d'identification du gaz lors de sa livraison et de sa réception sur le site consommateur, qui comprend :

- un analyseur de la conductivité thermique des gaz, analyseur qui aura été au préalable calibré à l'aide de chacun des gaz purs susceptibles d'être ultérieurement livrés, seuls ou en mélanges, durant une telle livraison ("calibration") ; et

- un système d'acquisition et de traitement de données,

dispositif d'identification du gaz qui est apte :

- à acquérir un ou des échantillons du gaz ou mélange livré ;
- à acquérir un ou des échantillons d'un gaz de référence tel l'azote, gaz de référence préféré puisqu'il est couramment présent sur de tels sites ;

- à effectuer une ou plusieurs mesures de la conductivité du ou des échantillons du gaz de référence et à effectuer la comparaison des mesures obtenues avec les valeurs de conductivité thermique obtenues en amont lors de ladite « calibration » avec ce même gaz de référence ;

- à effectuer une ou plusieurs mesures de la conductivité du ou des échantillons du gaz ou mélange livré, et à effectuer la comparaison des mesures ainsi obtenues avec les valeurs de conductivité thermique obtenues en amont lors de ladite "calibration" ; et

- à donner un diagnostic de type « livraison conforme » ou « livraison non conforme » autorisant la livraison ou non du gaz ou mélange livré .

Et l'on comprend dès lors les avantages qui sont liés à cette proposition technique par rapport aux méthodes actuelles où des échantillons sont envoyés au laboratoire du site livré, où il faut attendre le retour de ce laboratoire etc... :

- cette qualification sur site lors de la livraison se fait en quelques minutes (couramment en moins de 5 minutes) ;

- chaque molécule est caractérisée par une valeur unique de conductivité thermique à une température donnée, et la littérature disponible

montre bien que les conductivités thermiques de gaz tels que l'air, N_2 , O_2 , Ar, CO_2 , N_2O , NH_3 , C_2H_6 , ou encore C_3H_8 sont clairement différenciables, et permettent donc d'attester que tel gaz et non tel autre est incontestablement présent dans l'échantillon testé ;

- nulle nécessité ici de disposer de gaz de calibration pour chacun des gaz ou mélanges livrés : la seule présence sur site (et elle est avérée) d'un gaz de référence tel l'azote, permet de mesurer la conductivité thermique de l'azote à titre de référence, pour confirmer le fait que l'appareillage est bien opérationnel et fournit une valeur conforme à la valeur de la conductivité de l'azote dans les gammes de température pratiquées, et que donc l'analyse de la conductivité thermique du ou des gaz d'intérêt livré(s) peut commencer ;

- aucune interférence entre gaz ne peut perturber le résultat de la qualification ;

- cette méthode est très simple, automatique, et ne nécessite aucune qualification particulière et l'intervention d'aucun laboratoire spécialisé ;

- le coût de ce contrôle est bien réduit par rapport aux méthodes actuellement pratiquées (à titre d'exemple, un seul analyseur au lieu de cinq analyseurs pour le contrôle de la livraison de N_2 , Ar, O_2 , CO_2 et du protoxyde d'azote) ;

- selon un des modes avantageux de mise en oeuvre de l'invention, le dispositif en question, préférentiellement "waterproof" i.e de construction imperméable, est positionné « à demeure » dans la zone de livraison des fluides gaziers du site industriel considéré.

La présente invention concerne alors une méthode de contrôle sur site de la qualité des gaz livrés sur un site industriel consommateur, contrôle effectué lors de la livraison, pour déclarer conforme ou non à un cahier des charges la livraison, se caractérisant en ce que l'on effectue, lors de la livraison, un contrôle du ou des gaz livré(s) par la technique de la conductivité thermique, de la façon suivante :

- on dispose lors de la livraison, d'un dispositif d'identification du gaz lors de sa livraison et de sa réception sur le site consommateur, qui comprend :

- un analyseur de la conductivité thermique des gaz, analyseur qui aura été au préalable calibré à l'aide de chacun des gaz purs susceptibles d'être ultérieurement livrés, seuls ou en mélanges, durant une telle livraison ("calibration"); et

- un système d'acquisition et de traitement de données, dispositif d'identification du gaz qui est apte :

- à acquérir un ou des échantillons du gaz ou mélange livré ;
 - à acquérir un ou des échantillons d'un gaz de référence tel l'azote, gaz de référence préféré puisqu'il est couramment présent sur de tels sites ;

- à effectuer une ou plusieurs mesures de la conductivité du ou des échantillons du gaz de référence et à effectuer la comparaison des mesures obtenues avec les valeurs de conductivité thermique obtenues en amont lors de ladite « calibration » avec ce même gaz de référence ;

- à effectuer une ou plusieurs mesures de la conductivité du ou des échantillons du gaz ou mélange livré, et à effectuer la comparaison des mesures ainsi obtenues avec les valeurs de conductivité thermique obtenues en amont lors de ladite "calibration" ; et

- à donner un diagnostic de type « livraison conforme » ou « livraison non conforme » autorisant la livraison ou non du gaz ou mélange livré .

Détaillons dans ce qui suit un exemple de mise en oeuvre de l'invention.

Considérons le cas où les livraisons pourront concerner les 3 gaz purs suivants : azote (N_2), oxygène (O_2), et dioxyde de carbone (CO_2).

L'identification selon l'invention se base donc sur la mesure de la conductivité thermique des gaz livrés, qui comme bien connu de la littérature, varie, à une température donnée, pour chaque gaz de façon notable, et permet dès lors d'identifier sans ambiguïté le gaz présent.

L'analyseur utilisé a été au préalable calibré, avec des gaz dits "purs", seuls ou en mélanges, dans différentes gammes de teneurs, par exemple pour des mélanges CO_2 - O_2 , et des mélanges N_2 / O_2 .

Le dispositif utilise deux gammes pour les mesures : une première gamme située entre le CO₂ et l'oxygène, et une seconde gamme (pour une meilleure précision) située entre l'azote et l'oxygène.

La partie basse de la gamme est calibrée à "0", tandis que la partie haute de la gamme est calibrée à « 10⁶ », en d'autres termes chaque gamme est calibrée entre 0 et 1 million de points (ppm).

Avec une fréquence prédéfinie, par exemple toutes les 3 heures, le dispositif contrôle de façon automatique le gaz référence en terme de débit et d'identité.

Si une variation de conductivité est observée (au-delà d'une certaine déviation acceptable fixée au préalable), le dispositif est automatiquement recalibré, tandis que si le résultat est situé dans la gamme de tolérance le gaz de référence est considéré comme « reconnu » et l'équipement comme « prêt pour opération ».

Le système utilise par exemple un critère d'acceptabilité de +/- 10000 points pour identifier un gaz à la valeur cible de la gamme correspondante (voir exemple du tableau 1 ci-dessous).

Gaz	Valeur cible	Critère d'acceptabilité
azote	0	-10000 à +10000
oxygène	1 000 000	990000 à 1010000
CO2	0	-10000 à +10000

Tableau 1

Une fois le gaz référence "contrôlé", on procède à l'analyse d'au moins un échantillon de gaz livré par le camion sur site, prenons l'exemple de l'oxygène (tableau 1), ici encore avec une valeur cible attendue (10⁶ ppm) et en s'assurant que le résultat est situé dans la gamme de tolérance acceptée.

Si c'est bien le cas, le gaz est considéré comme "reconnu" et la livraison déclarée "conforme", le site livré autorisera donc le transfert du gaz dans ses

stockages, tandis que si l'identification n'est pas conforme, la livraison sera refusée.

Le dispositif d'identification est muni d'un profile de configuration qui comprend notamment les paramètres suivants :

- les gaz à identifier (par exemple N₂, O₂, CO₂).
- les valeurs cibles dans chaque cas et le critère (donc la marge) d'acceptabilité.
- le critère de re-calibration (donc la déviation maximum que l'on autorise).
- le nombre de cycles de test à pratiquer (débit, pression, identité).
- les gammes de débit et pression.
- le nombre de cycles de purge et les temps de purge de la ligne de prélèvement d'échantillons.

Un protocole de test est en conséquence fixé à l'avance, par exemple selon les étapes suivantes :

- la ligne de prélèvement d'un échantillon de gaz est connectée au dispositif, avec par exemple une pression d'au moins 1.5 bars, l'opération de mesure est démarrée : en premier lieu le gaz de référence est contrôlé (débit et identité), si les résultats sont situés dans les limites autorisées on en conclut que le dispositif est opérationnel (qualifié) i.e apte à contrôler un ou des échantillons pour l'identification du gaz livré ;
- l'opérateur est alors par exemple interrogé pour confirmer la bonne connexion du dispositif avec la ligne de prélèvement d'un échantillon de gaz ;
- cette ligne de prélèvement de gaz est alors purgée, puis la pression, débit et identité du gaz prélevé sont vérifiés (le nombre de mesures et le nombre de valeurs hors cadre autorisées sont spécifiées dans le profil de configuration de l'analyseur préalablement défini) et l'unité fournit alors un diagnostic d'identité du gaz « conforme » ou « non conforme », information qui peut être stockée (archivée) par l'utilisateur.

De façon générale l'activité du dispositif d'identification peut être archivée dans un fichier, notamment pour pouvoir générer sur demande du site livré un « rapport d'identification ».
