

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 707 520

②1 N° d'enregistrement national :

93 08683

⑤1 Int Cl⁶ : B 01 D 37/00 , 35/16 , 61/36

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 15.07.93.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la demande : 20.01.95 Bulletin 95/03.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : *ELECTRICITE DE FRANCE (Service National) — FR et GAMMA-FILTRATION — FR.*

⑦2 Inventeur(s) : Astruc Claude, Laurent Marie-Hélène et Garoux Jean.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : Cabinet Regimbeau Martin Schrimpf Warcoin Ahner.

⑤4 Procédé de filtration d'un liquide, par écoulement tangentiel le long d'une membrane et décolmatage périodique.

⑤7 L'invention concerne un procédé consistant à faire écouler tangentiellement un liquide le long d'une membrane poreuse et perméable, décolmatée périodiquement par un débit de refoulement d'une fraction d'un liquide ou du perméat à travers la membrane.

Il est caractérisé en ce que l'opération de décolmatage s'effectue selon les phases suivantes:

- refoulement du perméat par inversion de flux selon un débit de valeur supérieure à celle d'un débit de référence de filtration normale,
- diminution progressive du débit de refoulement,
- stabilisation dudit débit,
- retour lent au débit de référence dans un sens de filtration normale, opposé à celui de refoulement.

FR 2 707 520 - A1



La présente invention concerne un perfectionnement apporté aux procédés et dispositifs de filtration avec un décolmatage périodique.

On connaît déjà un procédé de filtration d'un liquide par écoulement tangentiel de celui-ci le long d'une membrane poreuse et perméable, qui est décolmatée périodiquement par un débit de refoulement, d'une fraction de liquide ou "perméat", refoulé à travers la membrane, après l'avoir traversée, sous l'effet d'une différence de pression mécanique entre l'écoulement tangentiel amont et ledit perméat de manière telle à ce que les molécules et particules accumulées sur la membrane soient éliminées par inversion de flux.

Un tel procédé permet d'obtenir une ultrafiltration ou une microfiltration, par l'intermédiaire de membranes spécifiques, capables de séparer des constituants de masses moléculaires différentes entre eux ou par rapport à un solvant.

Le liquide à filtrer sera ci-après dénommé le rétentat, alors que la fraction de liquide traversant la membrane sous l'effet de la différence de pression mécanique est le perméat, qui après refoulement à travers la membrane se charge des particules de colmatage pour devenir le rétentat.

Ce rétentat peut être recyclé à l'entrée du dispositif.

L'accumulation des composants du rétentat provoque un colmatage de la membrane progressif dans le temps. On sait que l'on peut limiter ce colmatage en annulant ou inversant périodiquement la différence de pression entre l'écoulement amont le long de la membrane et le perméat. Cela a été précédemment décrit dans la demande de brevet français N° 2 180 446.

La présente invention a pour but d'améliorer le décolmatage par refoulement du perméat. On a constaté que, à la fin d'une période de refoulement trop violente, la pression de perméat chute rapidement et fortement, entraînant un recolmatage immédiat de la membrane. D'autre part, si le retour à la pression normale de filtration du

compartiment perméat est trop rapide, la pression du perméat chute en-dessous de sa valeur de fonctionnement normale et peut entraîner une vaporisation partielle du perméat et la formation de bulles pouvant colmater la membrane.

A cet effet, l'invention concerne un procédé de filtration d'un liquide par écoulement tangentiel de celui-ci le long d'une membrane poreuse et perméable, qui est décolmatée périodiquement par un débit de refoulement, d'une fraction d'un liquide ou du "perméat", refoulé à travers la membrane, après l'avoir traversée, sous l'effet d'une différence de pression mécanique entre l'écoulement tangentiel amont et ledit perméat de manière telle à ce que les molécules et particules accumulées sur la membrane soient éliminées par inversion de flux, caractérisé en ce que l'opération de décolmatage s'effectue selon les phases suivantes :

- refoulement du perméat par inversion de flux selon un débit de valeur supérieure à celle d'un débit de référence de filtration normale,
- diminution progressive du débit de refoulement,
- stabilisation dudit débit,
- retour lent au débit de référence dans un sens de filtration normale, opposé à celui du refoulement.

Il a été déterminé que l'évolution du débit de refoulement au cours du décolmatage ne doit jamais occasionner une chute violente de la pression de perméat pouvant conduire à une brusque inversion du sens de filtration ou à une vaporisation du perméat.

La phase de ralentissement progressif allonge la durée du décolmatage ou diminue un peu le débit moyen de refoulement, lequel est donc en sens inverse du débit normal de perméat.

On pourrait donc penser que le rendement global du procédé de filtration en serait affecté. De façon inattendue, on constate au contraire que l'efficacité du décolmatage est meilleure et qu'ainsi le rendement global est très amélioré.

Ceci se traduit en pratique par une augmentation

moyenne du volume de perméat filtré, laquelle peut dépasser 50 %.

La mise en oeuvre du dispositif selon l'invention est effectuée par différents dispositifs aptes à contrôler l'évolution du débit de refoulement du perméat et celle de la pression du compartiment perméat en cours de décolmatage.

C'est ainsi qu'un premier dispositif utilise comme organe de mise en pression une pompe dont la pression de refoulement est contrôlée par un organe de régulation, par exemple une soupape.

Le fort débit de refoulement du perméat, son ralentissement progressif et son retour à la valeur de fonctionnement normal s'obtiennent par le fonctionnement programmé des deux vannes en parallèle sur le circuit de perméat.

Selon une variante, le dispositif comporte un piston et un cylindre à capacité variable dont la mise en pression est assurée par une réserve d'air comprimé. Le débit de refoulement du perméat est créé par l'ouverture d'une vanne d'arrêt reliant la réserve d'air comprimé au compartiment "air" du dispositif, son ralentissement progressif et assuré par la mise à l'air libre progressive dudit compartiment et le retour à la valeur de fonctionnement normale est assuré par la reprise de la filtration.

Selon une autre variante, le dispositif comporte un décolmateur à piston mû par un moteur à course contrôlable et programmable. La course du piston peut ainsi respecter une forme précise assurant l'évolution du débit de refoulement du perméat conformément à l'invention.

L'invention sera mieux comprise et d'autres caractéristiques de celle-ci seront mises en évidence à l'aide de la description qui suit, en référence aux dessins schématiques annexés, illustrant à titre d'exemples non limitatifs comment l'invention peut être réalisée et dans lesquels :

- la Figure 1 est un schéma d'une installation de filtration avec pompe de refoulement du perméat selon

l'invention ;

- les Figures 2 et 2A sont des dessins en coupe d'un décolmateur à piston mobile, selon une variante de réalisation de l'invention ;

5 - la Figure 3 est un schéma de l'utilisation d'un décolmateur selon les figures 2 et 2A adapté à une installation de filtration à membrane ;

10 - la Figure 4 est un schéma d'une variante de l'utilisation du décolmateur des figures 2 et 2A dans une installation de filtration à membrane.

Selon la figure 1, on voit un élément de filtration 1 qui comporte un canal 2 de circulation de la solution liquide ou rétentat entre une entrée sous pression 3 et une sortie 4 avec un organe 5 de perte de charge pour recueillir le rétentat.

15 La pompe 7 de mise en pression du système et la pompe 8 de mise en balayage du liquide à traiter ne sont pas concernées par l'invention. Une paroi du canal 2 est limitée par une membrane filtrante 6, le collecteur 9 débouche dans le circuit perméat A.

20 En période de filtration normale, la vanne 5' est fermée et le degré d'ouverture de la vanne 5 règle la pression du canal 2. La vanne 10 est ouverte et l'organe de régulation 11, par exemple une soupape, assure la surpression du circuit perméat A et 9. Une partie du perméat est stockée dans un réservoir tampon 12 avant d'être évacuée par la conduite 13. La vanne 14 est alors fermée. La pompe 15 tourne en permanence mais son refoulement traverse l'organe de régulation 16, et pour

25 une pression supérieure à la consigne de l'organe de régulation 16, le refoulement de la pompe 15 est recyclé vers le réservoir 12.

30 Pendant le décolmatage, la vanne de décharge 5' s'ouvre, assurant ainsi une baisse de pression du rétentat. La vanne 10 se ferme, la vanne 14 s'ouvre. La

35 pression au niveau de la vanne 14 chute en dessous de la valeur de consigne de l'organe de régulation 16 et le refoulement de la pompe 15 assure la surpression du canal 9 et donc l'instauration du débit de refoulement du

perméat. La fermeture progressive de la vanne 14 assure le ralentissement progressif de ce débit de refoulement. L'ouverture progressive de la vanne 10 assure le retour aux valeurs de fonctionnement normales et restaure le flux du perméat.

L'organe de contrôle 17 assure le pilotage des vannes 10 et 14.

Selon les figures 2 et 2A, le compartiment liquide 18 du cylindre à capacité variable 19 est alimenté en perméat par la conduite 20. La conduite 21 assure l'évacuation du perméat.

Le compartiment air 22 du cylindre est relié à une réserve d'air comprimé (non représentée) au moyen de la conduite 23. Le piston mobile 24, guidé par un segment 25, et muni de joints d'étanchéité 26 et 27, transmet la pression de l'air comprimé au compartiment perméat 18 du cylindre. Deux fonds 28 et 29 reliés par des tirants 30, 31, 30' et 31' assurent l'étanchéité du cylindre 19 par deux joints plats 32 et 33.

Le piston mobile 24 supporte en sa partie supérieure une tige 34 à l'extrémité creuse traversant le compartiment perméat 18 et coulissant librement dans la conduite 21. La tige 34 fait office de vanne d'arrêt.

En phase de filtration normale, l'extrémité creuse de la tige 34 est sous le niveau du fond 28 et assure ainsi une communication entre le compartiment liquide perméat 18 et la conduite 21 par l'intermédiaire des conduits 34a (figure 2).

En phase de décolmatage, l'extrémité creuse de la tige 34 est au-dessus du niveau du fond 28, empêchant ainsi la sortie du perméat par la conduite 21 (figure 2A).

Le piston mobile 24 supporte en sa partie inférieure une tige 35 débouchant à l'air libre au moyen d'un orifice 36 percé dans le fond 29 du cylindre 19.

La tige 35 possède une extrémité éventuellement creuse 35a assurant la mise à l'air libre progressive du compartiment air 22 du décolmateur à l'aide d'un régleur de débit 37. La tige 35 est éventuellement reliée à un capteur de déplacement 38.

Le retour du piston 24 à sa position d'avant le décolmatage se fait au rythme de la reprise du débit de perméation.

Dans la figure 3, on retrouve le système à membranes décrit à la figure 1 et le décolmateur décrit aux figures 2 et 2A.

En phase de filtration normale, la vanne 5' est fermée et le degré d'ouverture de la vanne 5 règle la pression du canal 2. La surpression du collecteur de perméat 9 est assurée par l'organe de régulation 39, qui peut être une soupape.

Le perméat débouche par la conduite 20 dans le compartiment liquide 18 du décolmateur. Il en ressort par l'extrémité creuse de la tige 34 et est évacué par la conduite 21.

Pendant cette phase, la vanne 40 met en communication le compartiment air 22 du décolmateur avec l'air libre par l'intermédiaire du régleur de débit 41 qui n'est pas fermé.

En phase de décolmatage, la vanne de décharge 5' s'ouvre, déclenchant l'ouverture de la vanne 40 qui met en communication la réserve d'air comprimé 42 et le compartiment air 22 du décolmateur. L'augmentation brusque de pression dans le compartiment 22 déplace le piston mobile 24 et obture la sortie de perméat 21 à l'aide de la tige 34. Le perméat contenu dans le compartiment liquide 18 est donc refoulé dans la conduite 20, passe au travers du clapet 43 et traverse la membrane 6 en sens inverse de la filtration normale. Le débit de refoulement est donc établi.

Lorsque le capteur de déplacement 44 a détecté que le volume de perméat réinjecté correspondant à sa valeur de consigne est atteint, il déclenche la mise à l'air libre du compartiment 22 au moyen de la vanne trois voies 40.

Le débit de mise à l'air libre est régulé et contrôlé par le régulateur de débit 41 entraînant un ralentissement progressif du débit de refoulement du perméat dans le canal 9.

La vanne de décharge 5' se ferme, déclenchant une

augmentation de la pression du rétentat dans le canal 2 et rétablissant ainsi progressivement le débit de perméat normal qui provoque le retour du piston 24 à sa position d'avant le décolmatage.

5 Conformément à l'invention, le fort débit de refoulement du perméat est ralenti progressivement par le régleur de débit 41 et le lent retour au débit de perméation normal se fait par la restauration progressive de la filtration.

10 Durant la phase de décolmatage, la pression du canal 9 est supérieure à la pression de consigne de l'organe régulateur 39.

15 Selon une variante illustrée sur la figure 4, la conduite de la phase de décolmatage peut consister en l'utilisation d'une tige 35 creuse. La figure 4 présente en fait une variante du système présenté à la figure 3.

La phase de filtration normale est identique au système précédent.

20 En phase de décolmatage, la vanne de décharge 5' s'ouvre, déclenchant l'ouverture de la vanne 46 qui met en communication la réserve d'air comprimé 42 et le compartiment air 22 du décolmateur. L'augmentation brusque de pression dans le compartiment 22 déplace le piston mobile 24 et obture la sortie de perméat 21 à l'aide de la

25 tige 34. Le perméat contenu dans le compartiment liquide 18 est donc refoulé dans la conduite 20, passe au travers du clapet 43 et traverse la membrane 6 en sens inverse de la filtration normale. Le débit de refoulement est donc établi.

30 Lorsque le trou 47 est au-dessus du fond 29, il met à l'air libre le compartiment air 22 du décolmateur. La progressivité de cette mise à l'air libre est assurée par le régleur de débit 37, entraînant un ralentissement progressif du débit de refoulement du perméat dans le

35 canal 9.

La vanne de décharge 5' se ferme, déclenchant une augmentation de la pression du rétentat dans le canal 2 et rétablissant ainsi progressivement le débit de perméat qui provoque le retour du piston 24 à sa position d'avant le

décolmatage.

Conformément à l'invention, le fort débit de refoulement du perméat est ralenti progressivement par le régleur de débit 37 et le lent retour au débit de perméation normal se fait par la restauration progressive de la filtration.

Durant la phase de décolmatage, la pression du canal 9 est supérieure à la pression de consigne de l'organe régulateur 39.

EXEMPLE

On a filtré du lait écrémé UHT (Ultra Haute Température) avec une membrane de surface de 0,2m² et de diamètre moyen de pores de 1,4 μm.

Le décolmatage a été provoqué toutes les minutes, soit avec piston amorti, soit avec piston non amorti.

Après 30 minutes de filtration environ, on a mesuré les débits de perméat avant et après le dernier décolmatage.

Cette opération a été recommencée après avoir changé la concentration du lait (facteur de concentration volumique porté de 1 à 3) les résultats sont donnés dans le tableau ci-après.

La pression transmembranaire moyenne était de 2 bars, la température de 30°C, et la vitesse de balayage de 4m/s. Les deux séries de résultats représentent deux conditions d'amortissement différentes du débit de refoulement.

5	Facteur de concentration volumique (FCV)	Débit de filtrat en l/hm ²	Débit de filtrat en l/hm ²	
		Course normale	course amortie conformément à l'invention	
	1	325 435 380	440 545 492,5	débit avant décolmatage débit après décolmatage Moyenne
10	3	155 225 190	270 375 322,5	débit avant décolmatage débit après décolmatage Moyenne
	1	180 300 240	375 465 420	débit avant décolmatage débit après décolmatage Moyenne
15	3	50 90 70	180 240 210	débit avant décolmatage débit après décolmatage Moyenne

On constate que l'amortissement du débit de refoulement a un effet favorable sur le maintien des débits de perméation. La baisse de perméabilité pour le dernier décolmatage est plus faible dans le cas d'un décolmatage avec amortissement, en particulier pour les concentrations plus élevées (FCV = 3 dans le tableau).

REVENDEICATIONS

1) Procédé de filtration d'un liquide par écoulement tangentiel de celui-ci le long d'une membrane poreuse et perméable, qui est décolmatée périodiquement par un débit de refoulement, d'une fraction d'un liquide ou "perméat", refoulé à travers la membrane, après l'avoir traversée, sous l'effet d'une différence de pression mécanique entre l'écoulement tangentiel amont et ledit perméat de manière telle à ce que les molécules et particules accumulées sur la membrane soient éliminées par inversion de flux, caractérisé en ce que l'opération de décolmatage s'effectue selon les phases suivantes :

- refoulement du perméat par inversion de flux selon un débit de valeur supérieure à celle d'un débit de référence de filtration normale,

- diminution progressive du débit de refoulement,
- stabilisation dudit débit,

- retour lent au débit de référence dans un sens de filtration normale, opposé à celui de refoulement.

2) Dispositif de filtration pour la mise en oeuvre du procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les phases assurant le décolmatage par refoulement sont assurées par deux vannes d'arrêt (10, 14) disposées en parallèle sur le circuit de filtration, l'une (10) assurant la protection d'un organe de régulation (11) de la pression transmembranaire en fonctionnement hors décolmatage, l'autre (14) assurant la protection d'un organe de pompage (15) fonctionnant en permanence et qui est régulé par un organe de régulation (16), leurs vannes (10, 14) étant pilotées par un organe de contrôle (17).

3) Dispositif de filtration selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'organe de régulation (11) est une soupape.

4) Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le décolmatage par refoulement est assuré par un piston mobile (24) et un cylindre à capacité variable (19) mis en pression par une réserve d'air comprimé, le débit de refoulement du perméat

étant créé par l'ouverture d'une vanne d'arrêt (34).

5) Dispositif selon la revendication 4, caractérisé en ce que le piston (24) comporte un prolongement (35) traversant le fond (29) du cylindre (19).

5 6) Dispositif selon la revendication 5, caractérisé en ce que le prolongement (35) est muni d'une extrémité creuse (35a) ayant un orifice de mise à l'air libre du cylindre (19).

10 7) Dispositif selon la revendication 5 ou 6, caractérisé en ce que le prolongement (35) est relié à un capteur de déplacement (38).

15 8) Dispositif selon la revendication 5 ou 6, caractérisé en ce que la mise à l'air libre du cylindre (19) est rendue progressive par l'intermédiaire d'un régleur de débit (37), disposé à l'extrémité du prolongement (35).

9) Dispositif selon l'une des revendications 4 à 8, caractérisé en ce que le piston (24) est mû par un moteur à course contrôlable et programmable.

20 10). Dispositif selon l'une des revendications 4 à 9, caractérisé en ce que la régulation du perméat en fonctionnement normal est assurée par un organe régulateur (39) qui est dérivé pendant la phase du décolmatage dans une conduite comportant un clapet (43).

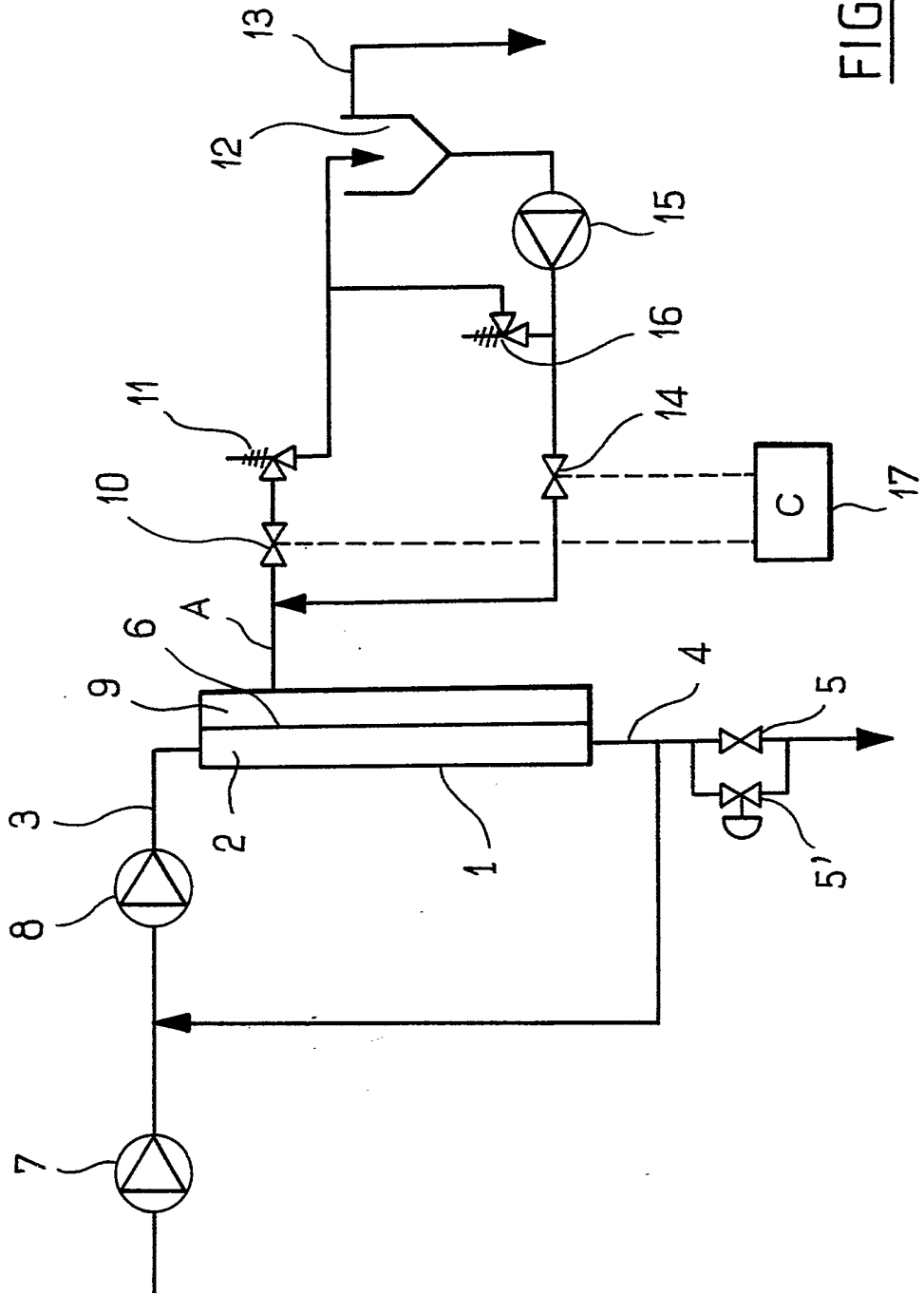


FIG. 1

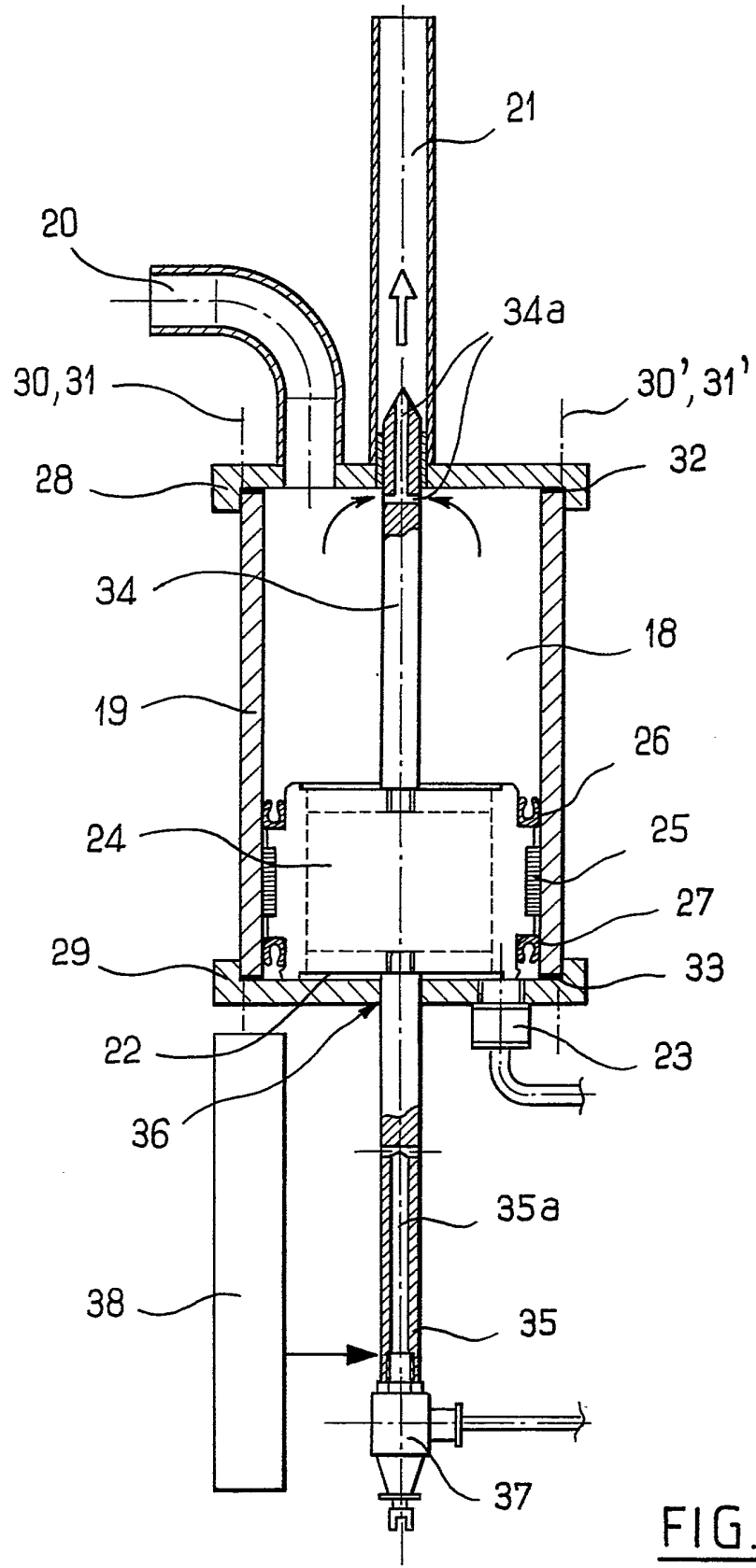
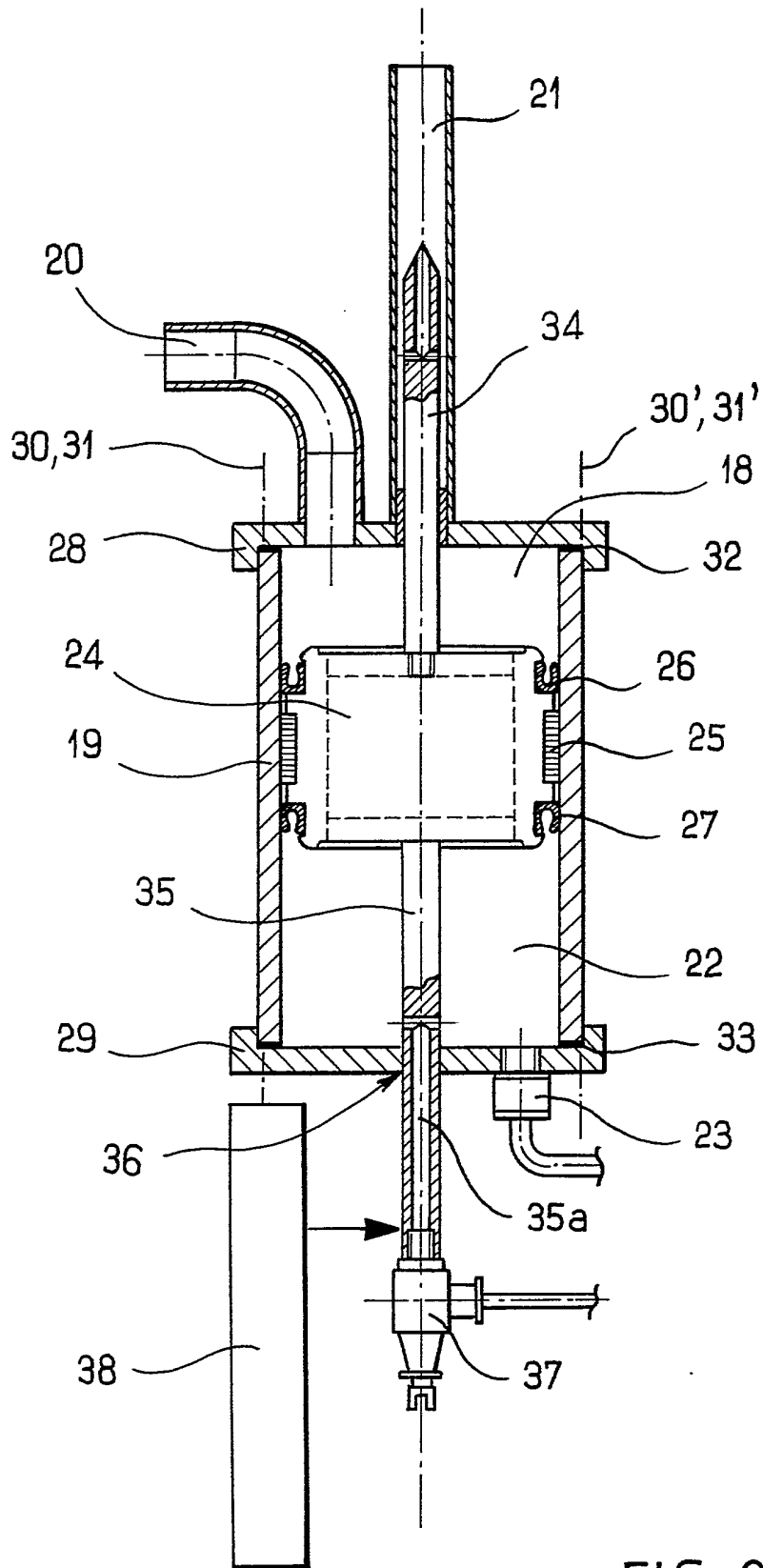


FIG. 2

3 / 5

FIG. 2A

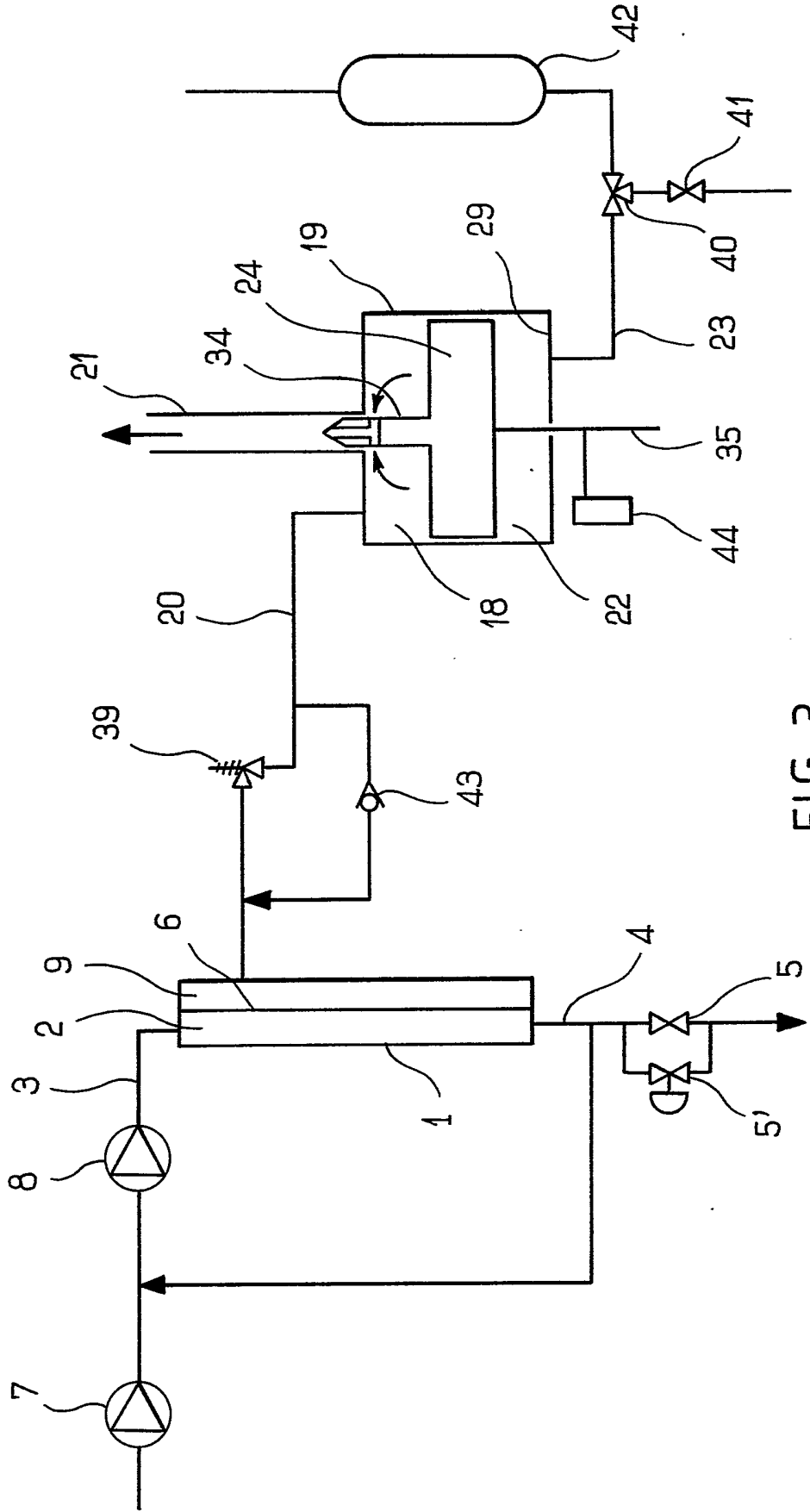


FIG. 3

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
Y	US-A-5 207 917 (T.J.M.WEAVER) * revendications 1,4,5; figure 1 * ---	1-10
Y	DE-A-37 27 274 (TOSHIBA CERAMICS CO.) * page 3, ligne 59-62; figure 6 * ---	1-10
Y	FR-A-2 586 202 (CENTRE MERIDIONAL D'OENOLOGIE) * revendications; figure 1 * ---	1-10
A	FR-A-2 677 895 (VERSEAU DEVELOPPEMENT (S.A.)) * revendications; figure 1 * ---	2
A	EP-A-0 526 372 (SOCIETE DE TRAITEMENTS HYDREX S.N.C.) * revendications; figure 1 * ---	1,2
A	EP-A-0 470 015 (LE CARBONE LORRAINE) * revendications; figure 1 * ---	1,2
A	US-A-5 043 071 (CH. ANSELME ET AL.) * revendications; figure 1 * -----	1,2
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.5)
		B01D
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
21 Mars 1994		Cordero Alvarez, M
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		

1

EPO FORM 1503 01.82 (F04C13)