

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
22 juin 2017 (22.06.2017)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2017/103473 A1

- (51) Classification internationale des brevets :
B01D 63/06 (2006.01) B01D 71/02 (2006.01)
- (21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2016/053422
- (22) Date de dépôt international :
14 décembre 2016 (14.12.2016)
- (25) Langue de dépôt : français
- (26) Langue de publication : français
- (30) Données relatives à la priorité :
1562810 18 décembre 2015 (18.12.2015) FR
- (71) Déposant : SAINT-GOBAIN CENTRE DE RE-
CHERCHES ET D'ETUDES EUROPEEN [FR/FR]; 18
avenue d'Alsace, 92400 Courbevoie (FR).
- (72) Inventeur : LEPLAY, Paul; 41 rue des Bastides, 84440
Robion (FR).
- (74) Mandataire : SAINT-GOBAIN RECHERCHE; Dépar-
tement Propriété Industrielle, 39 quai Lucien Lefranc,
93300 Aubervilliers (FR).
- (81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM,
AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY,

BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM,
DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KH, KN,
KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA,
MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG,
NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS,
RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY,
TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN,
ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ,
TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU,
TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE,
DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU,
LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,
SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

- avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))
- avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues (règle 48.2.h)

(54) Title : MONOLITHIC FILTER

(54) Titre : FILTRE MONOLITHIQUE

(57) Abstract : The present invention relates to a monolithic membrane filter for filtering liquids, comprising: a support member composed of a porous inorganic material with a permeability K_s , said support member having a tubular shape with a main axis, an upstream base, a downstream base, a peripheral surface and an inner portion; a plurality of channels parallel with the main axis of the support member, formed in the inner portion of the latter, said channels being separated from each other by internal walls composed of the porous inorganic material; at least one slot formed in the inner portion of the support member and opening onto the peripheral surface such that the filter has an outer surface formed by the peripheral surface of the support member and the surface of said at least one slot; and a membrane, with a permeability K_m and a mean thickness t_m , covering the inner surface of the channels; characterised in that the mean distance of travel D , defined by the arithmetic mean of the minimum distances between the center of each channel and the outer surface of the filter, satisfies the following relationship: $D = a \cdot \exp(B) \cdot (K_{stm}/K_m)^A$, in which a is a coefficient in the range of 0.0008 to 0.0012; $A = -21.5 \cdot 0_c + 15.4 \cdot p_i + 0.16 \cdot 0_f + 0.31$; and $B = 561 \cdot p_i + 101 \cdot 0_c + 1.16$; where 0_c is the mean hydraulic diameter of the channels, 0_f is the hydraulic diameter of the filter and p_i is the mean thickness of the inner walls.

(57) Abrégé : La présente invention concerne un filtre membranaire monolithique pour la filtration de liquides comprenant : - un support formé d'un matériau inorganique poreux de perméabilité K_s , ledit support présentant une forme tubulaire ayant un axe principal, une base amont, une base aval, une surface périphérique et une partie interne; - une pluralité de canaux parallèles à l'axe principal du support, formés dans la partie interne du support, lesdits canaux séparés les uns des autres par des parois internes formées du matériau inorganique poreux; - au moins une fente formée dans la partie interne du support et débouchant sur la surface périphérique de sorte que le filtre présente une surface extérieure formée par la surface périphérique du support et la surface desdites au moins une fente; et - une membrane de perméabilité K_m et d'épaisseur moyenne t_m recouvrant la surface interne des canaux; caractérisé en ce que la distance moyenne de parcours D , définie par la moyenne arithmétique des distances minimales entre le centre de chaque canal et la surface extérieure du filtre, satisfait la relation : $D = a \cdot \exp(B) \cdot (K_{stm}/K_m)^A$ dans laquelle a est un coefficient compris dans un domaine de 0,0008 à 0,0012; $A = -21,5 \cdot 0_c + 15,4 \cdot p_i + 0,16 \cdot 0_f + 0,31$; et $B = 561 \cdot p_i + 101 \cdot 0_c + 1,16$; où 0_c est le diamètre hydraulique moyen des canaux, 0_f est le diamètre hydraulique du filtre et p_i est l'épaisseur moyenne des parois internes.



WO 2017/103473 A1

FILTRE MONOLITHIQUE

L'invention se rapporte au domaine des structures filtrantes en matériau inorganique destinées à la filtration des liquides en particulier les structures revêtues
5 d'une membrane afin de séparer des particules ou des molécules d'un liquide, plus particulièrement de l'eau, notamment de l'eau de production issue de l'extraction pétrolière ou des gaz de schiste.

On connaît depuis longtemps des filtres utilisant des membranes céramiques ou non pour réaliser la filtration de fluides variés, notamment d'eaux polluées. Ces filtres
10 peuvent fonctionner selon le principe de la filtration frontale, cette technique impliquant le passage du fluide à traiter à travers un média filtrant, perpendiculairement à sa surface. Cette technique est limitée par l'accumulation de particules et la formation d'un gâteau à la surface du média filtrant, et donne lieu à une chute rapide des performances ainsi qu'une baisse du niveau de filtration.

15 Selon une autre technique à laquelle se rapporte également la présente invention, on utilise la filtration tangentielle, qui, au contraire, permet de limiter l'accumulation de particules, grâce à la circulation longitudinale du fluide à la surface de la membrane. Les particules restent dans le flux de circulation alors que le liquide peut traverser la membrane sous l'effet d'une différence de pression. Cette technique assure une stabilité
20 des performances et du niveau de filtration. Elle est plus particulièrement préconisée pour la filtration des fluides très chargés en particules et/ou en molécules.

Les points forts de la filtration tangentielle sont donc sa facilité de mise en œuvre, sa fiabilité grâce à l'utilisation des membranes de porosité adaptées pour effectuer ladite filtration, et son fonctionnement en continu.

La filtration tangentielle fait appel à peu ou pas d'adjuvant et fournit deux fluides
5 séparés qui peuvent être tous deux valorisables : le concentrât (également appelé retentât) et le filtrat (également appelé perméat) : il s'agit d'un procédé propre qui respecte l'environnement.

Ces filtres sont réalisés à partir de structures monolithiques ou supports tubulaires en un matériau inorganique poreux formé de parois délimitant des canaux longitudinaux
10 parallèles à l'axe desdits supports, au travers desquelles passe le liquide à filtrer. Le liquide épuré de ses particules ou molécules est ensuite évacué par la surface périphérique du support poreux.

La surface interne des canaux est habituellement recouverte d'une membrane séparatrice. Cette membrane comprend, ou même est constituée essentiellement par, un
15 matériau inorganique poreux, dont la nature et la morphologie sont adaptées pour arrêter les molécules ou les particules dans la mesure où leur taille est proche ou supérieure au diamètre médian des pores de ladite membrane.

Différentes géométries ont été proposées afin d'améliorer les propriétés d'usage de tel filtres membranes. US 4069157 divulgue par exemple une structure multicanaux
20 dont la surface, la densité des canaux et la porosité du support sont optimisés afin d'augmenter le flux tout en minimisant l'encombrement du filtre. Afin de réduire la résistance hydraulique du filtre, il a été proposé de prévoir des fentes ou des canaux d'évacuations selon différentes géométries (US 4781831, US 5855781, US 6077436,

EP 1457243, EP 1607129). Les fentes peuvent être réalisées par usinage sur le filtre après cuisson ou lors de l'extrusion comme cela est plus particulièrement proposé par US 2001/0020756.

Cependant, aucune des structures décrites dans l'art antérieur ne permet d'assurer
5 une efficacité maximale des filtres. Par conséquent, il existe encore un besoin pour une structure filtrante ayant une efficacité maximale de filtration, c'est-à-dire présentant un flux maximisé de filtrat à encombrement égal et caractéristiques fixées en ce qui concerne la paroi du support et sa membrane.

La Demanderesse a remarqué qu'il était encore possible de maximiser le flux de
10 filtrat sur des structures monolithiques filtrantes comportant des fentes d'évacuation en prenant en compte les caractéristiques physiques du support et de la membrane pour déterminer la géométrie du filtre. Contrairement aux solutions précédentes qui proposent différentes configurations de fentes ou canaux d'évacuation en prenant en compte uniquement les caractéristiques géométriques des filtres, la présente invention
15 propose de choisir une configuration de fentes de sorte à respecter une distance moyenne de parcours du liquide à filtrer au travers du support avant d'être évacué sous forme de filtrat, cette distance moyenne de parcours étant déterminée non seulement en fonction des caractéristiques géométriques du support mais aussi en fonction des caractéristiques physiques du support et de la membrane, en particulier en fonction de
20 leur perméabilité et de l'épaisseur de la membrane.

Ainsi la présente invention concerne un filtre membranaire monolithique pour la filtration de liquides, notamment la filtration tangentielle, comprenant :

- un support formé d'un matériau inorganique poreux de perméabilité K_s , ledit support présentant une forme générale tubulaire ayant un axe principal, une base amont, une base aval, une surface périphérique et une partie interne ;
 - une pluralité de canaux parallèles à l'axe principal du support, formés dans la partie interne du support, les canaux étant séparés les uns des autres par des parois internes formées du matériau inorganique poreux ;
 - au moins une fente formée dans la partie interne du support et débouchant sur la surface périphérique du support de sorte que le filtre présente une surface extérieure formée par la surface périphérique du support et la surface desdites au moins une fente ;
- 10 et
- une membrane de perméabilité K_m et d'épaisseur moyenne t_m recouvrant la surface interne des canaux ;
- caractérisé en ce que la distance moyenne de parcours D , définie par la moyenne arithmétique des distances minimales entre le centre de chaque canal et la surface
- 15 extérieure du filtre, satisfait la relation (1) :

$$D = \alpha * \exp(B) * (K_s * t_m / K_m)^A \quad (1)$$

dans laquelle

α est un coefficient compris dans un domaine de 0,0008 à 0,0012 ;

$A = -21,5 * \varnothing_c + 15,4 * p_i + 0,16 * \varnothing_f + 0,31$; et

20 $B = 561 * p_i + 101 \varnothing_c + 1,16$;

où \varnothing_c est le diamètre hydraulique moyen des canaux, \varnothing_f est le diamètre hydraulique du filtre et p_i est l'épaisseur moyenne des parois internes.

Dans la relation (1), les grandeurs sont exprimées classiquement dans les unités du système international, à savoir en mètre (m) pour les grandeurs D , t_m , \varnothing_c , p_i et \varnothing_f , et

25 en mètre carré (m²) pour les grandeurs K_s et K_m .

La perméabilité du support K_s et le la membrane K_m sont définies sur la base de la relation de Kozeny-Carman par la formule suivante : $K = (PO^3 * D_{50}^2) / [180 * (1-PO)^2]$ dans laquelle PO est la porosité ouverte et D_{50} est le diamètre médian des pores.

La porosité ouverte et le diamètre médian des pores du support selon la présente invention sont déterminés de manière connue par porosimétrie au mercure. La porosité, correspondant au volume de pores, est mesurée par intrusion de Mercure à 2000 bars à l'aide d'un porosimètre à mercure tel que le porosimètre Autopore IV série 9500 Micromeritics, sur un échantillon de 1 cm^3 prélevé dans un bloc du support, la région de prélèvement excluant la peau s'étendant typiquement jusqu'à 500 microns depuis la surface du bloc. La norme applicable est la norme ISO 15901-1.2005 part 1. L'augmentation de pression jusqu'à haute pression conduit à « pousser » le mercure dans des pores de taille de plus en plus petite. L'intrusion du mercure se fait classiquement en deux étapes. Dans un premier temps, une intrusion de mercure est réalisée en basse pression jusqu'à 44 psia (environ 3 bar), en utilisant une pression d'air pour introduire le mercure dans les plus gros pores ($> 4 \mu\text{m}$). Dans un deuxième temps, une intrusion à haute pression est réalisée avec de l'huile jusqu'à la pression maximale de 30000 psia (environ 2000 bar). En application de la loi de Washburn mentionnée dans la norme ISO 15901-1.2005 part 1, un porosimètre à mercure permet ainsi d'établir une distribution de tailles des pores en volume. Le diamètre médian de pores du support correspond au seuil de 50% de la population en volume.

La porosité de la membrane, correspondant au volume total des pores dans la membrane, et le diamètre médian de pores de la membrane sont avantageusement déterminés selon l'invention à l'aide d'un microscope électronique à balayage. Dans le cadre de la présente invention, il est considéré que la porosité obtenue pour la

membrane par cette méthode peut être assimilée à la porosité ouverte. Typiquement, on réalise des sections d'une paroi du support en coupe transversale, de manière à visualiser toute l'épaisseur du revêtement sur une longueur cumulée d'au moins 1,5 cm. L'acquisition des images est effectuée sur un échantillon d'au moins 50 grains, de
5 préférence d'au moins 100 grains. L'aire et le diamètre équivalent de chacun des pores sont obtenus à partir des clichés par des techniques classiques d'analyse d'images, éventuellement après une binarisation de l'image visant à en augmenter le contraste. On déduit ainsi une distribution de diamètres équivalents, dont on extrait le diamètre médian de pores. La porosité de la membrane est obtenue par intégration de la courbe
10 de distribution de diamètres équivalents de pores. De même on peut déterminer par cette méthode une taille médiane des particules constituant la couche membranaire. Un exemple de détermination du diamètre médian de pores ou de la taille médiane des particules constituant la couche membranaire, à titre d'illustration, comprend la succession des étapes suivantes, classique dans le domaine :

- 15 Une série de clichés en MEB est prise du support avec sa couche membranaire observé selon une coupe transversale (c'est-à-dire dans toute l'épaisseur d'une paroi). Pour plus de netteté, les clichés sont effectués sur une section polie du matériau. L'acquisition de l'image est effectuée sur une longueur cumulée de la couche membranaire au moins égal à 1,5 cm, afin d'obtenir des valeurs représentatives de l'ensemble de l'échantillon.
- 20 Les clichés sont de préférence soumis à des techniques de binarisation, bien connues dans les techniques de traitement de l'image, pour augmenter le contraste du contour des particules ou des pores.

Pour chaque particule ou chaque pore constituant la couche membranaire, une mesure de son aire est réalisée. Un diamètre équivalent de pores ou de grain est déterminé(e),
25 correspondant au diamètre d'un disque parfait de même aire que celui mesuré pour

ladite particule ou pour ledit pore (cette opération pouvant éventuellement être réalisée à l'aide d'un logiciel dédié notamment Visilog® commercialisé par Noesis). Une distribution de taille de particules ou de grains ou de diamètre de pores est ainsi obtenue selon une courbe classique de répartition et une taille médiane des particules et/ou un

5 diamètre médian de pores constituant la couche membranaire sont ainsi déterminés, cette taille médiane ou ce diamètre médian correspondant respectivement au diamètre équivalent divisant ladite distribution en une première population ne comportant que des

particules ou de pores de diamètre équivalent supérieur ou égal à cette taille médiane et une deuxième population comportant que des particules de diamètre équivalent inférieur

10 à cette taille médiane ou ce diamètre médian.

Dans la présente demande, le diamètre hydraulique du filtre ou d'un canal est défini classiquement par la formule $4*S/P$, S étant l'aire de la section hors tout (c'est-à-dire sans tenir compte localement de la perte de section liée à l'aire de la fente ou des parois) du filtre perpendiculairement à l'axe principal, ou l'aire de la section du canal

15 perpendiculairement à l'axe principal, et P étant le périmètre de cette section.

La forme du support définit la forme générale du filtre. Il présente une forme tubulaire allongée le long d'un axe principal et comprend une base amont, une base aval, une surface périphérique et une portion interne. Les bases amont et aval, de formes et dimensions identiques, peuvent être de forme variée, par exemple carrée, hexagonale ou

20 circulaire. Elles sont de préférence circulaires. La base aval est destinée à être positionnée du côté du flux de liquide entrant (liquide à filtrer) et la base amont à l'opposé du flux de liquide entrant. Le support a typiquement un diamètre hydraulique \varnothing_f de 50 à 300 mm, de préférence 80 à 230 mm, et une longueur de 200 à 1500 mm.

Le support est formé d'un matériau inorganique poreux, notamment un matériau céramique non oxyde, tel que SiC, en particulier SiC recristallisé, Si₃N₄, Si₂ON₂, SiAlON, BN ou une combinaison de ceux-ci. Sa porosité est typiquement de 20 à 70%, de préférence de 40 à 50%, et le diamètre médian des pores de 5 nm à 50 µm, de
5 préférence de 100 nm à 40 µm, plus préférentiellement de 5 à 30 µm. La perméabilité du support K_s est de préférence compris entre $1,0 \cdot 10^{-15}$ et $1,0 \cdot 10^{-12}$, de préférence entre $6,9 \cdot 10^{-15}$ et $3,4 \cdot 10^{-11}$ m².

Une pluralité de canaux parallèles à l'axe principal du support est formée dans la portion interne du support. Ces canaux, aussi appelés canaux filtrants, ne sont de
10 préférence pas bouchés à leurs extrémités et débouchent sur chacune des bases du support. La forme des canaux n'est pas limitée et ces derniers peuvent présenter une section polygonale, notamment pentagonale ou hexagonale ou carrée, ou circulaire mais ont de préférence une section circulaire ou carrée. Le diamètre hydraulique moyen des canaux \varnothing_c est généralement de 1 à 5 mm, de préférence 2 à 4 mm. Le filtre peut
15 comprendre plusieurs catégories de canaux. Une catégorie de canaux est définie par un ensemble de canaux présentant une même forme et un diamètre hydraulique identique à +/- 5% près. Par exemple, le filtre peut comprendre une première catégorie de canaux constituée de canaux situés proches de la surface périphérique du filtre et une seconde catégorie constituée de canaux situés au centre du filtre, les canaux de la première
20 catégorie présentant un diamètre hydraulique supérieur à ceux de la seconde catégorie. De préférence, le filtre ne comprend qu'une seule catégorie de canaux.

Les canaux sont séparés les uns des autres par des parois internes formées par le matériau inorganique poreux du support. L'épaisseur moyenne des parois internes p_i est typiquement de 0,3 à 2 mm, de préférence de 0,4 à 1,2 mm.

Le filtre comprend également une membrane recouvrant la surface interne des canaux. Elle est formée d'un matériau inorganique poreux, notamment un matériau céramique non oxyde, tel que SiC, en particulier SiC recristallisé, Si₃N₄, Si₂ON₂, SiAlON, BN ou une combinaison de ceux-ci. Sa porosité est typiquement de 10 à 70% et le diamètre médian des pores de 10 nm à 5 µm. La perméabilité de la membrane K_m est de préférence de 10⁻¹⁹ à 10⁻¹⁴ m². Elle présente typiquement une épaisseur moyenne t_m de 0,1 à 300 µm, de préférence de 1 à 200 µm, plus préférentiellement de 10 à 80 µm.

Le rapport K_s*t_m/K_m vaut en général 0,01 à 100, de préférence 0,1 à 10, de manière plus préférée 0,1 à 5.

Le filtre selon l'invention comprend au moins une fente formée dans la partie interne du filtre et débouchant sur la surface périphérique. Ainsi, la surface extérieure du filtre est formée d'une part par la surface desdites au moins une fente, et d'autre part par la surface périphérique du support. On entend par « fente » au sens de la présente invention, l'espace constitué d'une part par une cavité, créée par usinage du support ou ménagée lors du façonnage du support à la place d'une partie des canaux dans la partie interne du support, et débouchant sur la surface périphérique du support ; et d'autre part par les canaux directement reliés à cette cavité, c'est-à-dire qui ne sont pas séparés de la cavité par une paroi interne du support. Les canaux reliés directement aux cavités des fentes, aussi appelés canaux d'évacuation par opposition aux canaux filtrants décrits ci-dessus, contribuent à améliorer l'évacuation du filtrat en drainant celui-ci vers les cavités débouchant à l'extérieur du filtre. Afin de préserver la capacité de filtration du filtre, les canaux d'évacuation doivent évidemment être bouchés sur chacune des bases du support. Ainsi, les fentes permettent de faciliter l'extraction et l'évacuation du filtrat en périphérie du filtre en diminuant la résistance hydraulique du filtre.

La forme des cavités, qui détermine la forme des fentes, n'est en théorie pas limitée. Cependant, pour des contraintes de fabrication et/ou de tenue mécanique, les cavités sont de préférence rectilignes. Une cavité rectiligne est définie comme une cavité dans un plan parallèle à l'axe principal, de préférence essentiellement parallélépipédique, dont la longueur s'étend parallèlement à l'axe principal, la profondeur et la largeur s'étendant perpendiculairement à l'axe principal. La largeur d'une cavité correspond de préférence à la largeur d'un nombre fixe de canaux, de préférence à la largeur d'un canal, par exemple de 0,5 et 5 mm, voire de 1 à 3 mm. La longueur d'une cavité est évidemment au plus égale à la longueur du filtre. Pour conserver une bonne résistance mécanique, la longueur d'une cavité est cependant de préférence comprise entre 1 à 20% de la longueur du filtre, par exemple de 1 à 20 cm, voire de 3 à 15 cm. La profondeur de la cavité est évidemment au plus égale à la largeur du filtre dans le plan, parallèle à l'axe principal, de la cavité considérée. Une cavité peut être notamment traversante, c'est-à-dire débouchant à ses deux extrémités dans la direction de la profondeur sur la surface périphérique du support. Cette configuration a pour avantage de maximiser la surface d'évacuation procurée par la cavité. Une cavité peut également être borgne, ou non-traversante, c'est-à-dire ne débouchant qu'à une seule de ses extrémités dans la direction de la profondeur sur la surface périphérique du support. Dans ce cas, la profondeur de la cavité est de préférence de 25 à 40% de la largeur du filtre dans le plan, parallèle à l'axe principal, de la cavité considérée. Dans un mode de réalisation particulier, au moins une cavité est borgne. Dans un mode de réalisation particulier, toutes les cavités sont borgnes. Cette configuration permet de maximiser la résistance mécanique du filtre tout en conservant un maximum de canaux filtrants et une surface d'évacuation suffisante.

Le nombre de fentes et leurs configurations sont déterminées de façon à obtenir une distance moyenne de parcours D satisfaisant la relation (1) définie ci-dessus, dans laquelle le coefficient α vaut de 0,0008 à 0,0012, de préférence de 0,0009 à 0,0011, idéalement environ 0,001. Plus précisément, la distance minimale d_i entre le centre de

5 chaque canal et la surface extérieure du filtre est de préférence telle que le rapport σ/D soit inférieur à 0,65, voire inférieur à 0,6 ou même inférieur à 0,55, dans lequel D est la distance moyenne de parcours telle que définie ci-dessus et σ est l'écart-type des distances d_i par rapport à la distance moyenne de parcours D . Pour cela, le filtre comprend généralement une pluralité de fentes. De plus, les fentes sont généralement

10 réparties de manière relativement homogène dans la partie interne du filtre, par exemple de façon à ce que les distances entre chacune des fentes et ses voisines directes soient le plus constant possible. Les fentes sont de préférence chacune disposées dans un plan parallèle à l'axe principal. Elles peuvent être disposées radialement, c'est-à-dire étant toutes disposées dans un plan parallèle à l'axe principal et passant par celui-ci. Elles

15 peuvent également être disposées dans des plans parallèles entre eux et à l'axe principal et de préférence équidistants les uns des autres. Il est entendu que, pour un filtre donné, une pluralité de configurations de fentes peut permettre d'obtenir une même distance moyenne de parcours D selon l'invention.

La FIG. 1 illustre un filtre comprenant un support **1** de forme cylindrique ayant un

20 axe principal (X), une base amont **2** et une base aval **3**. Une pluralité de canaux parallèles à l'axe principal (X) sont formés dans la partie interne du support et séparés les uns des autres par des parois internes, comprenant des canaux filtrants **4** et des canaux d'évacuation **5**. Les canaux filtrants **4**, débouchant sur chacune des bases amont **2** et aval **3**, sont recouverts sur leur surface interne par une membrane (non représentée).

25 Les canaux d'évacuation **5** sont bouchés au niveau de la base amont **2** et de la base aval

3. Le filtre comprend également deux cavités traversantes **6a** et **6b** perpendiculaires entre elles et positionnées à des niveaux différents le long du filtre. Les cavités **6a** et **6b**, chacune avec les canaux d'évacuation **5** qui lui sont reliés, forment ainsi deux fentes perpendiculaires entre elles sur l'ensemble de la longueur du filtre.

5 La distance moyenne de parcours D est la moyenne arithmétique de l'ensemble des distances minimales d_i entre chaque canal filtrant c_i et la surface extérieure du filtre. La distance d_i est mesurée pour chaque canal filtrant c_i en considérant un plan section perpendiculaire à l'axe principal sur lequel sont reportées, par projection, l'ensemble des fentes. Les fentes s'étendant sur l'ensemble de la longueur du filtre (soit sous la

10 forme de cavité, soit sous la forme de canaux d'évacuation), la distance minimale d_i pour un canal filtrant donné sera la même quel que soit le plan section considéré. Par exemple, en considérant le filtre représenté sur la FIG. 1, les figures FIG. 2A et 2B représentent respectivement des coupes du filtre au niveau des plans sections **A** et **B** perpendiculaires à l'axe principal (**X**) représentés en pointillés sur la FIG. 1. Sur les

15 FIG. 2A et 2B, les parties évidées représentent les cavités **6a** et **6b** et les parties hachurées représentent les canaux d'évacuation **5a**, reliés à la cavité **6a**, et **5b**, reliés à la cavité **6b**. La surface extérieure du filtre, telle que définie dans la présente invention, est représentée en trait épais sur les FIG. 2A et 2B et comprend d'une part la surface périphérique du support, et d'autre part la surface des fentes, c'est-à-dire les surfaces

20 internes des cavités et des canaux d'évacuation. Ainsi, on peut déterminer par exemple les distances d_1 , d_2 et d_3 (représentées par les doubles flèches sur les FIG. 2A et 2B) correspondant respectivement aux canaux filtrants c_1 , c_2 et c_3 indifféremment à partir du plan section de la FIG. 2A ou de la FIG. 2B.

Le filtre selon l'invention peut être obtenu par toute technique bien connue de l'homme du métier. Un procédé de fabrication classique comprend généralement les étapes principales suivantes :

- Fabrication du support ;
- 5 - Dépôt de la membrane ; et
- Réalisation des fentes.

Le support est obtenu de préférence par extrusion d'une pâte au travers d'une filière et suivie d'un séchage et d'une cuisson afin de fritter le matériau du support et obtenir les caractéristiques de porosité et de résistance mécanique nécessaire à l'application. Lorsqu'il s'agit d'un support en SiC recristallisé, il peut être en particulier
10 obtenu selon les étapes de fabrication suivantes :

- malaxage d'un mélange comportant des particules de carbure de silicium de pureté supérieure à 98% et présentant une granulométrie telle que 75% en masse des particules présente un diamètre supérieur à 30 μm , le diamètre médian en masse de cette fraction
15 granulométrique mesuré par granulométrie laser étant inférieur à 300 μm . Le mélange comporte aussi un liant organique du type dérivé de cellulose. On ajoute de l'eau et on malaxe jusqu'à obtenir une pâte homogène dont la plasticité permet l'extrusion, la filière étant configurée pour l'obtention des monolithes selon l'invention.
- séchage des monolithes crus par micro-onde pendant un temps suffisant pour amener
20 la teneur en eau non liée chimiquement à moins de 1% en masse.
- cuisson jusqu'à une température d'au moins 1900 $^{\circ}\text{C}$ et inférieure à 2400 $^{\circ}\text{C}$ maintenue typiquement pendant au moins 1 heure et de préférence pendant au moins 3 heures. Le matériau obtenu présente une porosité ouverte de 20 à 70%, de préférence de 40 à 50% en volume et un diamètre médian de pores de l'ordre de 5 nm à 50 μm , de
25 préférence de 100 nm à 40 μm , plus préférentiellement de 5 à 30 μm .

Le support filtrant est ensuite revêtu d'une membrane. La membrane peut être déposée selon diverses techniques connues de l'homme du métier : dépôt à partir de suspensions ou de barbotines, dépôt chimique en phase vapeur (CVD) ou dépôt par projection thermique, par exemple projection plasma (plasma spraying). De préférence

5 les couches de membrane sont déposées par enduction à partir de barbotines ou de suspensions. La membrane peut être obtenue par le dépôt de plusieurs couches successives. La membrane comprend généralement une première couche, appelée primaire, déposée en contact direct avec le substrat. Le primaire joue le rôle de couche d'accrochage. La barbotine utilisée pour le dépôt du primaire comprend 50% en masse

10 de grains de SiC ayant un diamètre médian de 10 à 30 μm et 50% en masse d'eau désionisée. La membrane comprend également une couche séparatrice déposée sur la couche de primaire. C'est dans cette couche séparatrice que la porosité est contrôlée afin de donner au filtre sa sélectivité. La barbotine utilisée pour le dépôt de la couche séparatrice comprend 50% en masse de grains de SiC ayant un diamètre médian de 0.1 à

15 2 μm et 50% en masse d'eau désionisée. Certains additifs tels que des agents épaississants, des agents liants et/ou des agents dispersants peuvent être ajoutés aux barbotines afin de contrôler notamment leur rhéologie. La viscosité des barbotines est typiquement de 0.05 à 0.5 Pa.s, de préférence de 0.01 à 0.3 Pa.s, mesurée à 22 °C sous un gradient de cisaillement de 1 s^{-1} selon la norme DIN -53019-1:2008. Les barbotines

20 peuvent comprendre typiquement de 0.1 à 1% de la masse d'eau d'agents épaississant choisis de préférence parmi les dérivés cellulosiques. Elles peuvent comprendre typiquement de 0.1 à 5% de la masse de poudre de SiC d'agents liants choisis de préférence parmi les poly(vinylalcool) (PVA) ou et les dérivés d'acrylique. Les barbotines peuvent également comprendre de 0.01 à 1% de la masse de poudre de SiC

25 d'agents dispersants choisis de préférence parmi les polymétacrylate d'ammonium. Une

ou plusieurs couches de barbotine peuvent être déposées afin de former la membrane. Le dépôt d'une couche de barbotine permet typiquement d'obtenir une membrane d'épaisseur de 0,1 à 80 μm , mais des membranes plus épaisses typiquement de 100 à 300 μm peuvent être obtenues par le dépôt de plusieurs couches successives de
5 barbotine.

Le support ainsi revêtu est ensuite séché à température ambiante typiquement pendant au moins 30 minutes puis à 60 °C pendant au moins 24 heures. Les supports ainsi séchés sont frittés à température de cuisson typiquement comprise entre 1000 et 2200 °C sous atmosphère non oxydante, de préférence sous argon de manière à obtenir
10 une porosité de membrane mesurée par analyse d'image de 10 à 70% en volume et un diamètre médian équivalent de pores mesuré par analyse d'image de 10 nm à 5 μm .

Les fentes sont ensuite réalisées par usinage des cavités dans le support et bouchage des canaux d'évacuations au niveau de la base amont et aval.

Les fentes sont créées en usinant les cavités par sciage du support, généralement
15 avant cuisson sur le support séché. Avant ou après usinage, les canaux d'évacuation reliés à la cavité sont bouchés selon des techniques bien connues, par exemple décrites dans la demande WO2004/065088, sur chacune des bases aval et amont du support, généralement avant cuisson de celui-ci. Le support est de référence fritté une fois les opérations d'usinage et de bouchage effectuées et avant le dépôt de la membrane.

20 Le filtre selon l'invention peut être utilisé pour diverses applications de purification de liquides et/ou de séparation de particules ou de molécules d'un liquide. Le filtre selon l'invention permet de maximiser le flux de filtrat indépendamment de la viscosité du liquide à filtrer. Il peut être utilisé pour filtrer des liquides ayant par

exemple une viscosité dynamique de 0,1 à 20 mPa.s, voire 50 mPa.s. La viscosité dynamique du fluide à filtrer peut être mesurée à 20°C sous un gradient de cisaillement de 1 s^{-1} selon la norme DIN 53019-1:2008. La présente invention porte notamment sur l'utilisation d'un filtre tel que décrit ci-dessus pour la purification de l'eau de production issue de l'extraction pétrolière ou des gaz de schiste. Elle trouve également son application dans divers procédés industriels de purification et/ou de séparation de liquides dans le domaine de la chimie, de la pharmaceutique, de l'alimentaire, de l'agroalimentaire ou des bioréacteurs.

La présente invention est illustrée à l'aide des exemples non limitatifs suivants

10 EXEMPLES

Des exemples de filtres tangentiels selon l'invention (exemples 1A, 1B et 2 à 7) et des exemples comparatifs (C1 à C7) ont été préparés suivant les procédés décrits ci-dessous.

Exemples 1A et 1B

15 Un support a été réalisé selon les techniques bien connues de l'homme du métier par mise en forme de nid d'abeille en carbure de silicium. Pour ce faire, on mélange dans un malaxeur :

- 3000 g d'un mélange des deux poudres de particules de carbure de silicium de pureté supérieure à 98% comprenant 75% en masse d'une première poudre de grains
20 présentant un diamètre médian d'environ $60 \mu\text{m}$ et 25% en masse d'une deuxième poudre de grains présentant un diamètre médian d'environ $2 \mu\text{m}$; et

- 300 g d'un liant organique du type dérivé de cellulose ;

On ajoute environ 25% en masse d'eau par rapport à la masse de SiC et de liant organique et on malaxe jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène dont la plasticité permet l'extrusion.

Le support est extrudé à partir de cette pâte à l'aide d'une filière pour obtenir un
5 bloc monolithe cru cylindrique de diamètre 150 mm et de longueur 300 mm dont la partie interne présente une pluralité de canaux de section carrée. La forme de la filière est adaptée pour obtenir des canaux ayant un diamètre hydraulique de 4 mm et des parois internes d'épaisseur moyenne de 1,2 mm.

Le monolithe cru obtenu est ensuite séché par micro-onde pendant un temps
10 suffisant pour amener la teneur en eau non liée chimiquement à moins de 1% en masse, puis cuit jusqu'à une température d'au moins 2050 °C qui est maintenue pendant 5 heures. Le support obtenu présente une porosité ouverte de 50% et un diamètre médian de pores d'environ 10 µm.

Une membrane est ensuite déposée sur la surface interne des canaux. Le dépôt de
15 la membrane est réalisé par enduction de barbotines. Pour cela, une première couche de primaire est déposée à partir d'une barbotine comprenant 50% en masse de grains de SiC ayant un diamètre médian d'environ 20 µm et 50% d'eau désionisée. Une couche séparatrice est ensuite déposée sur la couche de primaire à partir d'une barbotine comprenant 50% en masse de grains de SiC ayant un diamètre médian d'environ 1 µm
20 et 50% d'eau désionisée. La viscosité des barbotines, mesurée à 22 °C sous un gradient de cisaillement de 1 s⁻¹ selon la norme DIN-53019-1:2008, est réglée à 0,1 Pa.s à l'aide d'additifs bien connus de l'homme du métier.

Le primaire et la membrane sont déposés selon le même procédé. La barbotine est introduite dans un réservoir sous agitation à 20 tour/min. Après une phase de désaéragé sous vide léger, typiquement 25 mbars, tout en conservant l'agitation, le réservoir est mis en légère surpression d'environ +1 bar afin de pouvoir enduire l'intérieur du support à partir du bas jusque vers le haut. Cette opération ne prend que quelques secondes pour un support de 300 mm de longueur. La barbotine vient enduire la paroi interne des canaux du support et l'excès est ensuite évacué par gravité immédiatement après dépôt.

Le support enduit est ensuite séché à température ambiante pendant 30 minutes puis à 60 °C pendant 30 h. Le support enduit ainsi séché est ensuite fritté à une température de 1350°C sous atmosphère d'Argon pendant 4 heures pour obtenir une porosité de la membrane de 40% avec un diamètre médian de pores de 200 nm.

Des cavités ont été usinées dans le support séché et les canaux d'évacuation reliés aux cavités ont été bouchés selon des techniques bien connues telles que décrites dans la demande WO2004/065088 afin de créer des fentes, avant le frittage du support. Les fentes ont été disposées de façon à obtenir une distance moyenne de parcours D satisfaisant la relation (1) selon l'invention, c'est-à-dire, une distance D comprise entre 5,7 et 8,5 mm dans le cas des exemples 1A et 1B. Dans le cas de l'exemple 1A, 4 cavités traversantes de longueur 50 mm d'épaisseur égale à un canal (4 mm), parallèles entre elles et à l'axe principal, sont usinées selon le schéma illustré à la FIG. 3. Les fentes sont disposées de façon régulière entre elles, c'est-à-dire que le nombre de canaux entre deux fentes voisines est constant à plus ou moins un canal. Dans le cas de l'exemple 1B, 10 fentes borgnes de longueur 50 mm, parallèles entre elles et à l'axe principal, sont usinées selon le schéma illustré à la FIG. 4. Sur les FIG. 3 et 4

représentant des plans section des filtres selon les exemples 1A et 1B respectivement, les parties évidées représentent les fentes sans distinction entre les cavités et les canaux d'évacuation.

Exemple comparatif C1

- 5 Un filtre a été préparé de façon identique à celui de l'exemple 1A à la différence que seulement 2 fentes ont été réalisées en usinant dans le support 2 cavités traversantes, parallèles entre elles et à l'axe principal selon le schéma illustré à la FIG. 5.

Exemple 2

- 10 Un filtre a été préparé de façon identique à celui de l'exemple 1A à la différence que la forme de la filière est adaptée pour obtenir des canaux ayant un diamètre hydraulique de 2 mm et des parois internes d'épaisseur moyenne de 1,2 mm ; et 5 fentes ont été réalisées en usinant dans le support 5 cavités traversantes, parallèles entre elles et à l'axe principal. Les cavités ont une longueur de 50 mm et une épaisseur égale à un canal (2 mm).

- 15 Exemple comparatif C2

Un filtre a été préparé de façon identique à celui de l'exemple 2 à la différence que 3 fentes ont été réalisées en usinant dans le support 3 cavités traversantes, parallèles entre elles et à l'axe principal. Les cavités ont une longueur de 50 mm et une épaisseur égale à un canal (2 mm).

- 20 Exemple 3

Un filtre a été préparé de façon identique à celui de l'exemple 1A à la différence que la forme de la filière est adaptée pour obtenir des canaux ayant un diamètre hydraulique de 4 mm et des parois internes d'épaisseur moyenne de 0,4 mm ; et 7 fentes ont été réalisées en usinant dans le support 7 cavités traversantes, parallèles entre elles et à l'axe principal. Les cavités ont une longueur de 50 mm et une épaisseur égale à un canal (4 mm).

Exemple comparatif C3

Un filtre a été préparé de façon identique à celui de l'exemple 3 à la différence que 10 fentes ont été réalisées en usinant dans le support 10 cavités traversantes, parallèles entre elles et à l'axe principal. Les cavités ont une longueur de 50 mm et une épaisseur égale à un canal (4 mm).

Exemple 4

Un filtre a été préparé de façon identique à celui de l'exemple 1A à la différence que le support enduit séché est fritté à une température de 1300°C sous atmosphère d'Argon pendant 4 heures pour obtenir une porosité de la membrane de 40% avec un diamètre médian de pores de 125 nm ; et 3 fentes ont été réalisées en usinant dans le support 3 cavités traversantes, parallèles entre elles et à l'axe principal. Les cavités ont une longueur de 50 mm et une épaisseur égale à un canal (4 mm).

Exemple comparatif C4

Un filtre a été préparé de façon identique à celui de l'exemple 4 à la différence que 7 fentes ont été réalisées en usinant dans le support 7 cavités traversantes, parallèles

entre elles et à l'axe principal. Les cavités ont une longueur de 50 mm et une épaisseur égale à un canal (4 mm).

Exemple 5

Un filtre a été préparé de façon identique à celui de l'exemple 1A à la différence
5 que la barbotine utilisée pour le dépôt de la membrane comprend 12,3 % en masse de grains de SiC ayant un diamètre médian d'environ 0,5 μm , 64,4 % d'eau désionisée, 23,1 % de PVA et 0.2% de défloculant en référence à l'exemple 2 de EP0219383 ; Le support enduit et séché est fritté à une température de 1050 °C sous atmosphère d'azote pendant 4heures de palier pour obtenir une porosité de la membrane de 25% avec un
10 diamètre médian de pores de 200 nm ; et 2 fentes ont été réalisées en usinant dans le support 2 cavités traversantes, parallèles entre elles et à l'axe principal. Les cavités ont une longueur de 50 mm et une épaisseur égale à un canal (4 mm).

Exemple comparatif C5

Un filtre a été préparé de façon identique à celui de l'exemple 5 à la différence
15 que 1 fente a été réalisée en usinant dans le support 1 cavité traversante, parallèle à l'axe principal. La cavité a une longueur de 50 mm et une épaisseur égale à un canal (4 mm).

Exemple 6

Un filtre a été préparé de façon identique à celui de l'exemple 1A à la différence
qu'un temps de contact plus long entre la suspension et le support est choisi pour
20 obtenir une membrane présentant une épaisseur moyenne de 200 μm , cette épaisseur étant obtenue en cumulant 4 couches de 50 μm avec le procédé de dépôt et séchage décrit dans l'exemple 1A ; Le support ainsi enduit et séché est fritté dans les mêmes

conditions que l'exemple 1A ; et 3 fentes ont été réalisées en usinant dans le support 3 cavités traversantes, parallèles entre elles et à l'axe principal. Les cavités ont une longueur de 50 mm et une épaisseur égale à un canal (4 mm).

Exemple comparatif C6

- 5 Un filtre a été préparé de façon identique à celui de l'exemple 6 à la différence que 6 fentes ont été réalisées en usinant dans le support 6 cavités traversantes, parallèles entre elles et à l'axe principal. Les cavités ont une longueur de 50 mm et une épaisseur égale à un canal (4 mm).

Exemple 7

- 10 Un filtre a été préparé de façon identique à celui de l'exemple 1A à la différence que le mélange utilisé pour fabriquer le support comprend :

- 3000 g d'un mélange des deux poudres de particules de carbure de silicium de pureté supérieure à 98% comprenant 70% en masse d'une première poudre de grains présentant un diamètre médian d'environ 11 μm et 30% en masse d'une deuxième
- 15 poudre de grains présentant un diamètre médian d'environ 0,5 μm ; et

- 300 g d'un liant organique du type dérivé de cellulose ;

pour obtenir un support présentant une porosité de 35% ;et 7 fentes ont été réalisées en usinant dans le support 7 cavités traversantes, parallèles entre elles et à l'axe principal. Les cavités ont une longueur de 50 mm et une épaisseur égale à un canal (4 mm).

- 20 Exemple comparatif C7

Un filtre a été préparé de façon identique à celui de l'exemple 7 à la différence que 4 fentes ont été réalisées en usinant dans le support 4 cavités traversantes, parallèles

entre elles et à l'axe principal. Les cavités ont une longueur de 50 mm et une épaisseur égale à un canal (4 mm).

Pour chacun de ces filtres, on détermine le rapport Φ/Φ_0 , dans lequel Φ est flux caractéristique du filtre et Φ_0 est le flux caractéristique d'un filtre identique ne
5 présentant aucune fente. Le flux caractéristique d'un filtre a été évalué selon la méthode suivante : à une température de 25 °C un fluide constitué d'eau déminéralisée alimente les filtres à évaluer sous une pression transmembranaire de 0,5 bars et une vitesse de circulation dans les canaux de 2 m/s. Le perméat est récupéré à la périphérie du filtre. La mesure du flux caractéristique du filtre est exprimée en L/h/m/bar après 20h de
10 filtration. Les résultats obtenus ainsi que les caractéristiques dimensionnelles des filtres ainsi obtenus sont résumées dans le tableau 1 ci-après.

Ces exemples mettent en évidence l'importance d'adapter la géométrie du filtre en fonction des paramètres physiques du filtre, tels que la forme des canaux, l'épaisseur moyenne des parois internes, l'épaisseur moyenne de la membrane, le diamètre médian
15 de pores de la membrane et la porosité de la membrane ou du support, de sorte à obtenir une distance D selon l'invention pour maximiser pour maximiser le flux de filtrat. Les filtres selon l'invention une augmentation du flux caractéristique supérieur d'au moins 5%.

Tableau I

Exemple	1A	1B	C1	2	C2	3	C3	4	C4	5	C5	6	C6	7	C7
\emptyset_f	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150
\emptyset_c	4	4	4	2	2	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
p_i	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	0,4	0,4	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
D_{50m}	200	200	200	200	200	200	200	125	125	200	200	200	200	200	200
PO_m	40	40	40	40	40	40	40	40	40	25	25	40	40	40	40
t_m	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	200	200	50	50
PO_s	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	35	35
D_{50s}	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
$K_s * t_m / K_m$	0,352	0,352	0,352	0,352	0,352	0,352	0,352	0,90	0,90	2,25	2,25	1,406	1,406	0,0701	0,0701
D_{inv}	5,7 – 8,5		4,4 – 6,7			3,6 – 5,5		7,3 – 10,9		9,3 – 13,9		8,2 – 12,3		3,7 – 5,5	
N_f	4 ^(a)	10 ^(b)	2 ^(a)	5 ^(a)	3 ^(a)	7 ^(a)	10 ^(a)	3 ^(a)	7 ^(a)	2 ^(a)	1 ^(a)	3 ^(a)	6 ^(a)	7 ^(a)	4 ^(a)
$D_{réelle}$	6,7	6,3	8,8	6,0	9,1	3,8	3	8,5	4,1	11,4	16,1	8,4	4,7	4,1	6,7
σ/D	0,53	0,57	0,53	0,51	0,52	0,64	0,81	0,52	0,59	0,53	0,59	0,56	0,57	0,58	0,58
Φ/Φ_0	2,77	2,74	2,19	2,75	2,14	4,33	3,99	1,91	1,79	1,40	1,19	1,77	1,68	6,17	4,77

\emptyset_f : diamètre hydraulique du filtre (mm)

\emptyset_c : diamètre hydraulique moyen des canaux (mm)

P_i : épaisseur moyenne des parois internes (mm)

D_{50m} : diamètre médian des pores de la membrane (nm)

PO_m : porosité ouverte de la membrane (%)

t_m : épaisseur moyenne de la membrane (μm)

PO_s : porosité ouverte du support (%)

N_f : nombre de fentes ^(a) traversantes ou ^(b) borgnes

D_{50s} : diamètre médian des pores du support (μm)

K_s : perméabilité du support (m^2)

K_m : perméabilité de la membrane (m^2)

D_{inv} : domaine de D calculée selon l'invention (mm)

$D_{réelle}$: valeur de D mesurée selon la géométrie réelle du filtre (mm)

Φ : flux caractéristique du filtre (L/h/m²/bar)

Φ_0 : flux caractéristique d'un filtre identique avec 0 fente (L/h/m²/bar)

REVENDICATIONS

1. Filtre membranaire monolithique pour la filtration de liquides comprenant :

- un support formé d'un matériau inorganique poreux de perméabilité K_s , ledit support présentant une forme tubulaire ayant un axe principal, une base amont, une base aval,

5 une surface périphérique et une partie interne ;

- une pluralité de canaux parallèles à l'axe principal du support, formés dans la partie interne du support, lesdits canaux séparés les uns des autres par des parois internes formées du matériau inorganique poreux ;

- au moins une fente formée dans la partie interne du support et débouchant sur la
10 surface périphérique de sorte que le filtre présente une surface extérieure formée par la surface périphérique du support et la surface desdites au moins une fente ; et

- une membrane de perméabilité K_m et d'épaisseur moyenne t_m recouvrant la surface interne des canaux ;

caractérisé en ce que la distance moyenne de parcours D satisfait la relation :

15
$$D = \alpha * \exp(B) * (K_s t_m / K_m)^A$$

dans laquelle

α est un coefficient compris dans un domaine de 0,0008 à 0,0012 ;

$A = -21,5 * \varnothing_c + 15,4 * p_i + 0,16 * \varnothing_f + 0,31$; et

$B = 561 * p_i + 101 \varnothing_c + 1,16$;

20 où \varnothing_c est le diamètre hydraulique moyen des canaux, \varnothing_f est le diamètre hydraulique du filtre et p_i est l'épaisseur moyenne des parois internes ; et

D , t_m , \varnothing_c , p_i et \varnothing_f sont exprimées en m, et K_s et K_m sont exprimées en m^2 ;

D étant définie par la moyenne arithmétique de l'ensemble des distances minimales d_i entre le centre de chaque canal c_i et la surface extérieure du filtre, les distances d_i étant

mesurées pour chaque canal filtrant c_i en considérant un plan section perpendiculaire à l'axe principal sur lequel sont reportées l'ensemble des fentes.

2. Filtre selon la revendication 1, caractérisé en ce que le rapport σ/D est inférieur à 0,65 dans lequel σ est l'écart-type par rapport à la distance D des distances minimales d_i entre le centre de chaque canal c_i et la surface extérieure du filtre.
3. Filtre selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que lesdites au moins une fente sont chacune dans un plan parallèle à l'axe principal.
4. Filtre selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que chacune desdites au moins une fente est formée par une cavité débouchant sur la surface périphérique du support, et les canaux directement reliés à ladite cavité.
5. Filtre selon la revendication 4, caractérisé en ce que ladite cavité présente une longueur de 1 à 20% de la longueur du filtre.
6. Filtre selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que lesdites au moins une fente sont borgnes.
7. Filtre selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le support présente des bases carrées, hexagonales ou circulaires.
8. Filtre selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que le diamètre hydraulique du filtre \varnothing_f est compris dans un domaine allant de 50 à 300 mm.
9. Filtre selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que le filtre présente une longueur de 200 à 1500 mm.

10. Filtre selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que le diamètre hydraulique moyen des canaux $\bar{\phi}_c$ est compris dans un domaine allant de 1 à 5 mm.
11. Filtre selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que tous les canaux présentent un diamètre hydraulique identique.
12. Filtre selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que l'épaisseur moyenne des parois internes p_i est comprise dans un domaine allant de 0,3 à 2 mm.
13. Filtre selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisé en ce que le support présente une porosité ouverte de 20 à 70%.
14. Filtre selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que l'épaisseur moyenne de la membrane t_m est comprise dans un domaine allant de 0,1 à 300 μm , de préférence de 10 à 70 μm .
15. Filtre selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, caractérisé en ce que la membrane présente une porosité ouverte de 10 à 70%.
16. Utilisation d'un filtre tels que défini à l'une des revendications 1 à 15 pour la purification et/ou de séparation de liquides dans le domaine de la chimie, de la pharmaceutique, de l'alimentaire, de l'agroalimentaire, des bioréacteurs, ou de l'extraction pétrolière ou des gaz de schiste.

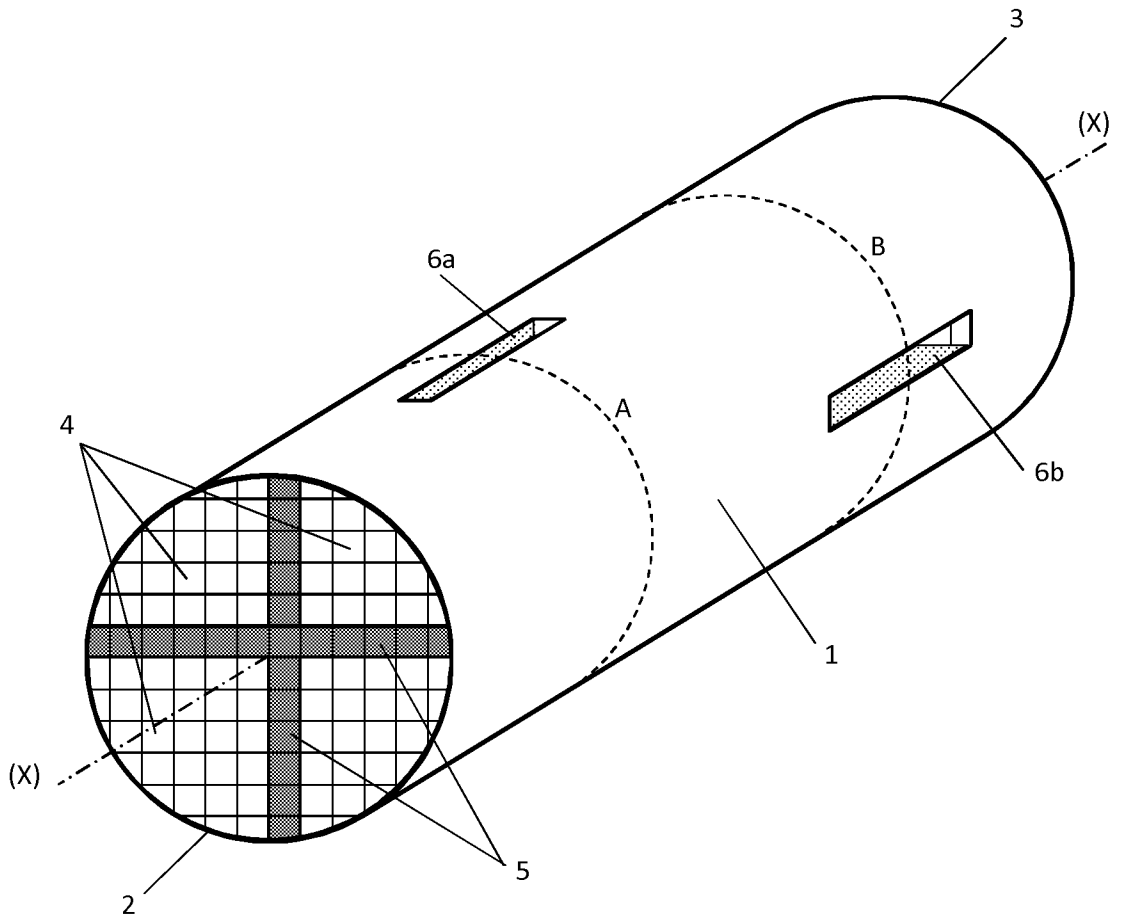


FIG. 1

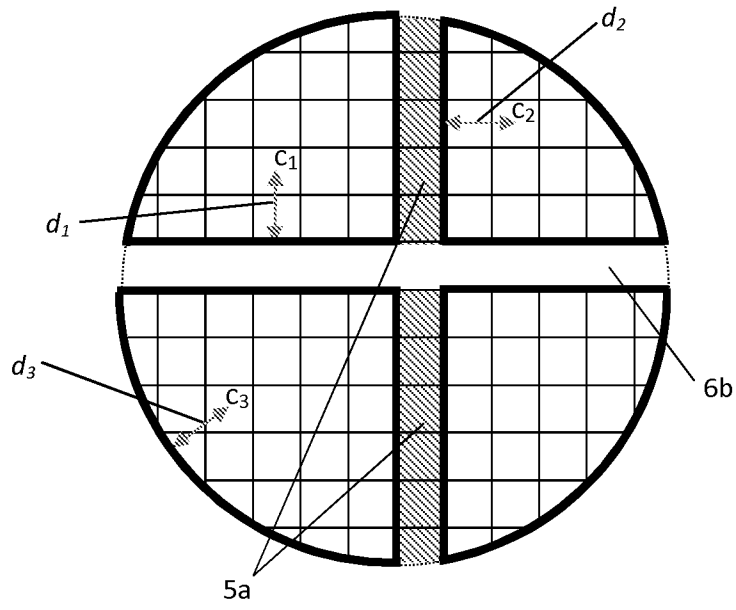


FIG. 2A

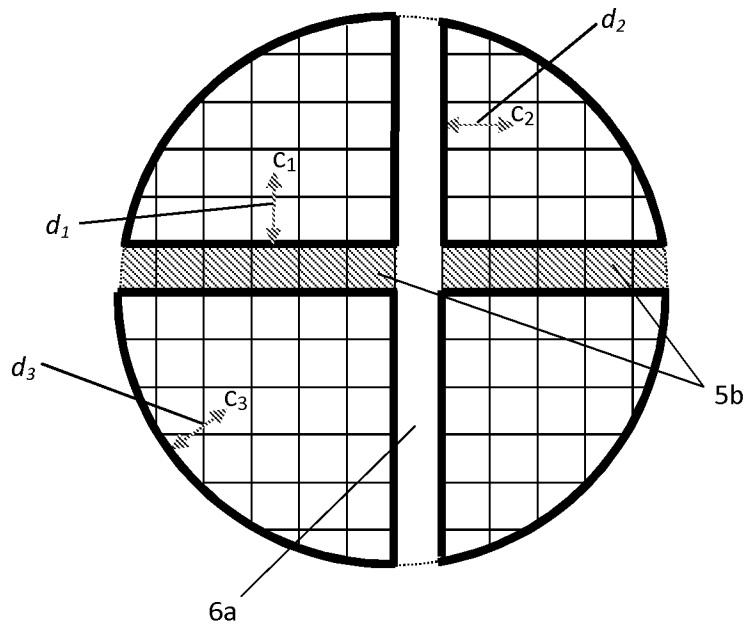


FIG. 2B

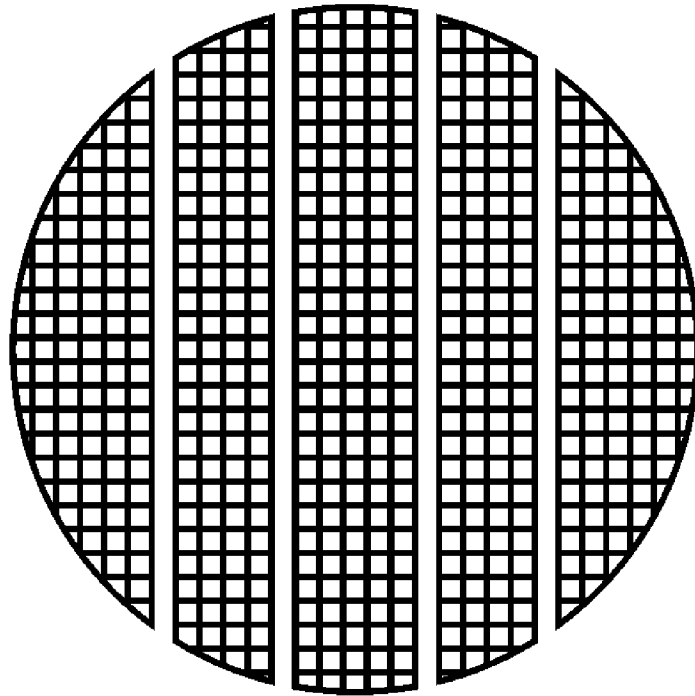


FIG. 3

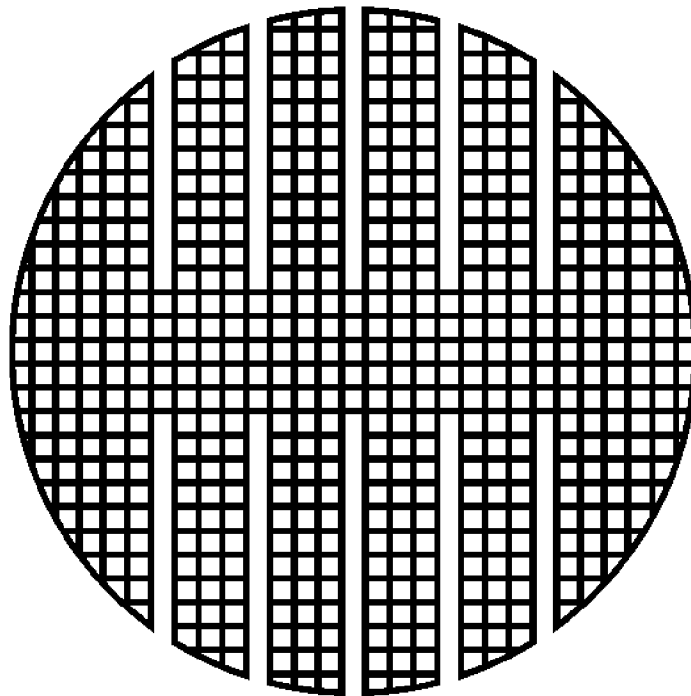


FIG. 4

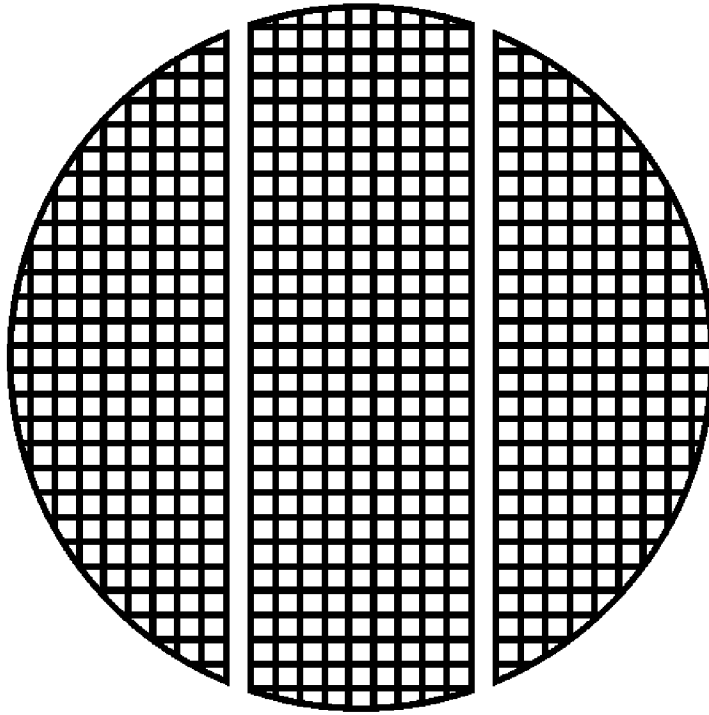


FIG. 5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2016/053422

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. B01D63/06 B01D71/02
ADD.
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
B01D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2005/279693 A1 (KATSU MASANORI [JP] ET AL) 22 December 2005 (2005-12-22)	1-12,16
Y	claim 1 figure 10 paragraph [0059] paragraph [0039] paragraph [0038] paragraph [0002] paragraph [0012]	13-15
Y	----- WO 2015/177476 A1 (SAINT GOBAIN CT RECHERCHES [FR]) 26 November 2015 (2015-11-26) page 17, line 31 - line 33 claim 16 page 11, line 1 - line 2 -----	13-15
	-/--	

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

<p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&" document member of the same patent family</p>
---	---

Date of the actual completion of the international search 13 April 2017	Date of mailing of the international search report 04/05/2017
--	--

Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Hoyer, Michael
--	--

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2016/053422

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 1 060 784 A1 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES [JP]) 20 December 2000 (2000-12-20) the whole document	1-15

A	DE 37 51 753 T2 (CERAMEM CORP [US]) 31 October 1996 (1996-10-31) the whole document	1-15

A	WO 2013/147271 A1 (NGK INSULATORS LTD [JP]) 3 October 2013 (2013-10-03) the whole document	1-15

A	US 2008/110818 A1 (SUGIURA KIYOTAKA [JP] ET AL) 15 May 2008 (2008-05-15) the whole document	1-15

A	WO 2004/091756 A1 (NGK INSULATORS LTD [JP]; ITO TOMONORI [JP]; BABA TATSUO [JP]) 28 October 2004 (2004-10-28) the whole document	1-15

A	WO 2015/115255 A1 (IBIDEN CO LTD [JP]) 6 August 2015 (2015-08-06) the whole document	1-15

A	US 2009/252919 A1 (OGURA YUTAKA [JP]) 8 October 2009 (2009-10-08) the whole document	1-15

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/FR2016/053422

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date	
US 2005279693	A1	22-12-2005	JP 2006006998 A US 2005279693 A1	12-01-2006 22-12-2005
WO 2015177476	A1	26-11-2015	CA 2947124 A1 CN 106457086 A EP 3145626 A1 FR 3021231 A1 KR 20170005817 A WO 2015177476 A1	26-11-2015 22-02-2017 29-03-2017 27-11-2015 16-01-2017 26-11-2015
EP 1060784	A1	20-12-2000	DE 60018510 D1 DE 60018510 T2 EP 1060784 A1 JP 3277918 B2 JP 2000354746 A KR 20010049548 A TW 506849 B US 6361693 B1	14-04-2005 04-08-2005 20-12-2000 22-04-2002 26-12-2000 15-06-2001 21-10-2002 26-03-2002
DE 3751753	T2	31-10-1996	DE 3751753 D1 DE 3751753 T2 EP 0310632 A1 JP H01503265 A WO 8807398 A1	25-04-1996 31-10-1996 12-04-1989 02-11-1989 06-10-1988
WO 2013147271	A1	03-10-2013	CN 104203377 A EP 2832426 A1 JP 6023792 B2 JP WO2013147271 A1 US 2015008177 A1 WO 2013147271 A1	10-12-2014 04-02-2015 09-11-2016 14-12-2015 08-01-2015 03-10-2013
US 2008110818	A1	15-05-2008	CN 101213005 A EP 1897602 A1 KR 20080022198 A US 2008110818 A1 WO 2007004262 A1	02-07-2008 12-03-2008 10-03-2008 15-05-2008 11-01-2007
WO 2004091756	A1	28-10-2004	JP 3868391 B2 JP 2004305993 A WO 2004091756 A1	17-01-2007 04-11-2004 28-10-2004
WO 2015115255	A1	06-08-2015	JP 2015140273 A WO 2015115255 A1	03-08-2015 06-08-2015
US 2009252919	A1	08-10-2009	EP 2108436 A1 JP 5409053 B2 JP 2009262129 A US 2009252919 A1	14-10-2009 05-02-2014 12-11-2009 08-10-2009

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2016/053422

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. B01D63/06 B01D71/02 ADD.		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE		
Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) B01D		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 2005/279693 A1 (KATSU MASANORI [JP] ET AL) 22 décembre 2005 (2005-12-22)	1-12,16
Y	revendication 1 figure 10 alinéa [0059] alinéa [0039] alinéa [0038] alinéa [0002] alinéa [0012]	13-15
Y	----- WO 2015/177476 A1 (SAINT GOBAIN CT RECHERCHES [FR]) 26 novembre 2015 (2015-11-26) page 17, ligne 31 - ligne 33 revendication 16 page 11, ligne 1 - ligne 2 -----	13-15
	-/--	
<input checked="" type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents <input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités:		
"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée		"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 13 avril 2017		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 04/05/2017
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Hoyer, Michael

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	EP 1 060 784 A1 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES [JP]) 20 décembre 2000 (2000-12-20) le document en entier -----	1-15
A	DE 37 51 753 T2 (CERAMEM CORP [US]) 31 octobre 1996 (1996-10-31) le document en entier -----	1-15
A	WO 2013/147271 A1 (NGK INSULATORS LTD [JP]) 3 octobre 2013 (2013-10-03) le document en entier -----	1-15
A	US 2008/110818 A1 (SUGIURA KIYOTAKA [JP] ET AL) 15 mai 2008 (2008-05-15) le document en entier -----	1-15
A	WO 2004/091756 A1 (NGK INSULATORS LTD [JP]; ITO TOMONORI [JP]; BABA TATSUO [JP]) 28 octobre 2004 (2004-10-28) le document en entier -----	1-15
A	WO 2015/115255 A1 (IBIDEN CO LTD [JP]) 6 août 2015 (2015-08-06) le document en entier -----	1-15
A	US 2009/252919 A1 (OGURA YUTAKA [JP]) 8 octobre 2009 (2009-10-08) le document en entier -----	1-15

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2016/053422

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2005279693	A1	22-12-2005	JP 2006006998 A US 2005279693 A1	12-01-2006 22-12-2005
WO 2015177476	A1	26-11-2015	CA 2947124 A1 CN 106457086 A EP 3145626 A1 FR 3021231 A1 KR 20170005817 A WO 2015177476 A1	26-11-2015 22-02-2017 29-03-2017 27-11-2015 16-01-2017 26-11-2015
EP 1060784	A1	20-12-2000	DE 60018510 D1 DE 60018510 T2 EP 1060784 A1 JP 3277918 B2 JP 2000354746 A KR 20010049548 A TW 506849 B US 6361693 B1	14-04-2005 04-08-2005 20-12-2000 22-04-2002 26-12-2000 15-06-2001 21-10-2002 26-03-2002
DE 3751753	T2	31-10-1996	DE 3751753 D1 DE 3751753 T2 EP 0310632 A1 JP H01503265 A WO 8807398 A1	25-04-1996 31-10-1996 12-04-1989 02-11-1989 06-10-1988
WO 2013147271	A1	03-10-2013	CN 104203377 A EP 2832426 A1 JP 6023792 B2 JP WO2013147271 A1 US 2015008177 A1 WO 2013147271 A1	10-12-2014 04-02-2015 09-11-2016 14-12-2015 08-01-2015 03-10-2013
US 2008110818	A1	15-05-2008	CN 101213005 A EP 1897602 A1 KR 20080022198 A US 2008110818 A1 WO 2007004262 A1	02-07-2008 12-03-2008 10-03-2008 15-05-2008 11-01-2007
WO 2004091756	A1	28-10-2004	JP 3868391 B2 JP 2004305993 A WO 2004091756 A1	17-01-2007 04-11-2004 28-10-2004
WO 2015115255	A1	06-08-2015	JP 2015140273 A WO 2015115255 A1	03-08-2015 06-08-2015
US 2009252919	A1	08-10-2009	EP 2108436 A1 JP 5409053 B2 JP 2009262129 A US 2009252919 A1	14-10-2009 05-02-2014 12-11-2009 08-10-2009