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

PCT

(19) Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle

Bureau international

(43) Date de la publication internationale 7 octobre 2010 (07.10.2010)



(10) Numéro de publication internationale WO 2010/112776 A1

(51) Classification internationale des brevets : *B01D 61/36* (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/FR2010/050618

(22) Date de dépôt international :

31 mars 2010 (31.03.2010)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

FR

(30) Données relatives à la priorité :

09.01610 2 avril 2009 (02.04.2009)

(71) **Déposant** (pour tous les États désignés sauf US) : **EDERNA** [FR/FR]; 47-57 Route d'Espagne, Résidence Les Oustalous, Bâtiment les Airelles, F-31100 Toulouse (FR).

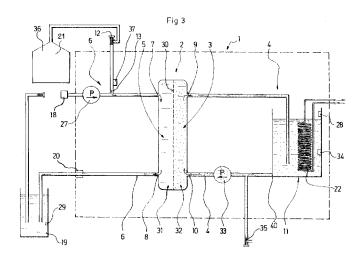
- (72) Inventeurs; et
- (75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement): GASCONS VILADOMAT, Fabrice [FR/FR]; 47 route d'Espagne, Les Airelles, F-31100 Toulouse (FR). ARNAUD, Magali [FR/FR]; 5 rue du Gorp, Appt. 36, F-31400 Toulouse (FR).

- (74) Mandataire : Cabinet BARRE LAFORGUE & Associés; 95 rue des Amidonniers, F-31000 Toulouse (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, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, 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, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (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, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: OSMOTIC EVAPORATION METHOD AND DEVICE

(54) Titre: PROCÉDÉ ET DISPOSITIF D'ÉVAPORATION OSMOTIQUE



(57) Abstract: The invention relates to an osmotic evaporation process in which: a porous membrane (30), for osmotic transfer of a compound in the gaseous state between first and second faces of this porous membrane (30), is chosen; and at least one osmotic transfer step is carried out in which a liquid feed composition is made to flow in contact with said first main face of the porous membrane (30) and a liquid extraction composition (3) is made to flow in contact with said second main face of the porous membrane (30), characterized in that, after said osmotic transfer step, at least one fluid inlet (13) of the feed circuit (6) is brought into communication with a pressurized gaseous composition source (21), designed to exert pressure, called the gas pressure, in the feed circuit (6), said gas pressure being above atmospheric pressure.

(57) Abrégé:





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))

L'invention concerne un procédé d'évaporation osmotique dans lequel : - on choisit une membrane (30) poreuse de transfert par osmose d'un composé à l'état gazeux entre une première face et une deuxième face de cette membrane (30) poreuse, - on réalise au moins une étape de transfert osmotique dans laquelle : on fait circuler une composition (5) liquide d'alimentation au contact de ladite première face principale de la membrane (30) poreuse, on fait circuler une composition (3) liquide d'extraction au contact de ladite deuxième face principale de la membrane (30) poreuse, caractérisé en ce qu'après ladite étape de transfert osmotique, on met au moins une entrée (13) de fluide du circuit (6) d'alimentation en communication avec une source de composition (21) gazeuse sous pression et adaptée pour exercer une pression, dite pression gazeuse, dans le circuit (6) d'alimentation dont la valeur est supérieure à la valeur de la pression atmosphérique.

PROCÉDÉ ET DISPOSITIF D'ÉVAPORATION OSMOTIQUE

L'invention concerne un procédé et un dispositif d'évaporation osmotique. Un tel procédé et un tel dispositif sont adaptés pour permettre un transfert osmotique d'au moins un composé en phase gazeuse entre deux compositions liquides -notamment deux compositions liquides miscibles-séparées par une membrane poreuse. Un tel procédé et un tel dispositif concernent en particulier un transfert osmotique en phase gazeuse d'au moins un soluté ou au moins un solvant de l'une des compositions liquides.

5

10

15

20

25

30

L'invention concerne en outre un tel procédé et un tel dispositif d'évaporation osmotique permettant de récupérer en totalité les composés d'intérêt de compositions liquides traitées par évaporation osmotique, notamment les composés à haute valeur ajoutée desdites compositions liquides. En outre, l'invention concerne un tel procédé et un tel dispositif d'évaporation osmotique de consommation énergétique diminuée, et permettant le recyclage des solutions d'extraction utilisées. L'invention concerne donc un procédé et un dispositif d'évaporation osmotique qui sont respectueux de l'environnement.

Un tel procédé et un tel dispositif d'évaporation osmotique permettent notamment d'augmenter la concentration d'un soluté d'une composition liquide par extraction d'au moins une quantité d'au moins un solvant de la composition liquide. Cependant, il est aussi possible de réaliser une telle évaporation osmotique en vue d'extraire un soluté volatil d'une composition liquide. En particulier, une telle évaporation osmotique est adaptée pour déplacer l'équilibre thermodynamique d'une réaction chimique par extraction d'au moins un soluté ou solvant volatil produit lors de ladite réaction et d'en améliorer le rendement.

US 6 569 341 décrit une méthode pour concentrer une solution liquide, notamment un jus de fruits, dans laquelle on utilise un contacteur de type contacteur liquide/liquide formé d'une structure membranaire comprenant une face non poreuse, perméable aux gaz, en contact avec une autre face

WO 2010/112776 2 **PCT/FR2010/050618**

microporeuse, ladite face non poreuse étant en contact avec la solution d'alimentation et ladite face microporeuse étant en contact avec une solution d'extraction. Une telle structure membranaire permet de préserver la face microporeuse du contact avec la solution d'alimentation et évite que la solution d'alimentation ne modifie la mouillabilité de ladite face microporeuse. US 6 569 341 décrit figure 2 un dispositif d'évaporation osmotique comprenant un module membranaire d'évaporation osmotique formant une interface entre une boucle d'extraction et une boucle d'alimentation.

5

10

15

20

25

30

Un tel dispositif ne permet pas de traiter par évaporation osmotique des solutions de faible volume de composés à haute valeur ajoutée, et de récupérer sensiblement la totalité de la solution concentrée contenue dans le circuit d'alimentation et sans dilution subséquente de celle-ci.

Ce dispositif pose également des problèmes de réalisation pratique, en particulier il ne permet pas de recycler la solution d'extraction, qui doit donc être renouvelée. Il est en outre limité dans ses applications au cas de la concentration de jus de fruits à l'échelle industrielle.

L'invention vise à pallier les inconvénients précédemment évoqués en proposant un procédé et un dispositif d'évaporation osmotique respectueux de l'environnement et adapté pour pouvoir être mis en œuvre à l'échelle industrielle, mais aussi à l'échelle d'une installation pilote préindustrielle.

L'invention vise en outre un tel procédé et un tel dispositif d'évaporation osmotique adapté aux contraintes d'un laboratoire -notamment un laboratoire de recherche et de développement-, pour le traitement de solutions de faible volume, notamment de l'ordre de quelques litres, pour lesquelles un rendement de récupération des solutés de l'ordre de 100% est requis.

L'invention vise à proposer un tel procédé d'évaporation osmotique applicable notamment pour la préparation de solutions contenant un ou plusieurs composés à concentrer, en particulier contenant des principes biologiquement actifs, qui sont précieux et/ou à forte valeur ajoutée, notamment des principes actifs à visée thérapeutique, et dont la récupération doit être quantitative.

5

10

15

20

25

30

Dans ce contexte, l'invention vise aussi à proposer un tel procédé et un tel dispositif d'évaporation osmotique adaptés pour le traitement successif d'une pluralité de solutions à traiter, tout en évitant la contamination croisée de ces solutions, sans occasionner de perte des dites solutions traitées et sans dilution subséquente de ces solutions traitées.

Par ailleurs, il est à noter que l'invention vise à proposer un tel procédé et un tel dispositif d'évaporation osmotique d'efficacité améliorée, et qui soient économiques et respectueux de l'environnement.

L'invention vise aussi à proposer un tel dispositif d'évaporation osmotique qui soit compact, de dimension, de poids et de volume mort réduits, et susceptible d'être déplacé sur un site d'utilisation approprié.

L'invention vise aussi à proposer un tel dispositif apte à être utilisé pour le traitement d'une solution dans un environnement sensiblement aseptisé, notamment dans un environnement contrôlé du point de vue microbiologique, en particulier dans un poste de sécurité microbiologique.

L'invention vise aussi à proposer un procédé et un dispositif d'évaporation osmotique adaptés pour le traitement de solutions, à température ambiante, et préservant les composants thermolabiles de toute dégradation.

L'invention vise aussi à proposer un procédé et un dispositif d'évaporation osmotique pour le traitement d'une solution à une pression de l'ordre de la pression atmosphérique.

En outre, l'invention vise à proposer un procédé d'évaporation osmotique opérant à température ambiante et préservant le dispositif des risques d'entartrage ou de corrosion.

L'invention vise en outre à proposer un tel procédé et un tel dispositif pour le traitement d'une solution par évaporation osmotique permettant la concentration des solutés préalablement à un traitement par lyophilisation ultérieur.

L'invention vise en outre à proposer un tel procédé et un tel dispositif d'évaporation osmotique permettant de recycler avantageusement la solution d'extraction diluée.

5

10

15

20

25

L'invention vise aussi à proposer un tel dispositif qui soit ergonomique, d'une grande simplicité d'utilisation, d'une grande efficacité de transfert, qui soit simple dans sa mise en œuvre et adapté pour procurer des résultats fiables et reproductibles.

L'invention vise également à proposer un tel procédé et un tel dispositif d'évaporation osmotique adaptés pour des applications par exemple dans le domaine de la chimie fine, de la pharmacie, de l'agro-alimentaire, des biotechnologies, dans lesquels se pose le problème de l'extraction, de la concentration et de la récupération quantitative d'une substance synthétique ou naturelle, notamment d'une substance thermolabile, de haute valeur ajoutée.

En particulier, les substances thermolabiles concernées par un tel procédé d'évaporation osmotique sont par exemple des protéines, des peptides, des acides aminés, des vitamines, des poly-phénols, des molécules odorantes, des composés organiques volatiles ou des colorants naturels.

L'invention vise également à atteindre tous ces objectifs à moindre coût, en proposant un dispositif de faible coût de revient, réalisé à partir de moyens usuels et peu onéreux.

L'invention vise également à proposer un tel procédé et un tel dispositif qui soient compatibles avec les contraintes de sécurité pour l'utilisateur et l'environnement, et présentant des propriétés améliorées en terme de fiabilité, de reproductibilité de l'évaporation osmotique.

L'invention vise de surcroît à proposer un tel procédé et un tel dispositif qui préservent les habitudes de travail des personnels, qui soient faciles à utiliser, et qui n'impliquent pour leur mise en œuvre que peu de manipulations.

Pour ce faire, l'invention concerne un procédé d'évaporation osmotique dans lequel :

- on choisit une membrane poreuse adaptée pour permettre un transfert par osmose d'au moins un composé à l'état gazeux entre une première face principale et une deuxième face principale de cette membrane poreuse,
- on réalise au moins une étape de transfert osmotique dans

laquelle:

5

10

15

20

25

30

- on fait circuler une composition liquide d'alimentation dans un premier circuit, dit circuit d'alimentation, au contact de ladite première face principale de la membrane poreuse, ledit circuit d'alimentation comprenant un réservoir d'alimentation de composition liquide d'alimentation;
- on fait circuler une composition liquide d'extraction dans un deuxième circuit, dit circuit d'extraction, au contact de ladite deuxième face principale de la membrane poreuse, ladite composition liquide d'extraction exerçant une pression, dite pression d'extraction, sur ladite deuxième face principale d'une valeur inférieure à la pression de Laplace de ladite membrane poreuse et de ladite composition liquide d'extraction,
- caractérisé en ce qu'après ladite étape de transfert osmotique, on réalise une étape de purge du circuit d'alimentation dans laquelle on met au moins une entrée de fluide du circuit d'alimentation en communication avec une source de composition gazeuse sous pression, non miscible avec la composition liquide d'alimentation, et adaptée pour exercer une pression, dite pression gazeuse, dans ledit circuit d'alimentation d'une valeur supérieure à la valeur de la pression atmosphérique et de façon à déplacer la composition liquide d'alimentation du circuit d'alimentation dans le réservoir d'alimentation.

Dans toute la suite :

- l'expression « évaporation osmotique » désigne une étape d'un procédé dans laquelle au moins un composé (solvant ou soluté) d'une première composition liquide passe de l'état liquide à l'état gazeux et est transféré par osmose à l'état gazeux vers une deuxième composition liquide, dans laquelle il est absorbé;
- la pression de Laplace (P) du couple formé par la membrane poreuse d'un contacteur membranaire et par une composition liquide d'extraction, donnée par l'équation (1), est la valeur maximale de pression

susceptible d'être exercée sur l'une des deux faces principales de la membrane poreuse dudit contacteur membranaire par une composition liquide d'extraction en contact avec ladite face principale, sans que ladite composition liquide d'extraction ne traverse les pores du contacteur membranaire ;

$$P = -2 \sigma \cos\theta / r \tag{1},$$

dans laquelle: P est la pression de Laplace (Pa),

10

15

20

25

30

 σ est la tension de surface entre la composition liquide d'extraction et la composition gazeuse (N/m),

 $\cos\theta$ est le cosinus de l'angle de contact formé entre la composition liquide d'extraction et le matériau constitutif de la membrane poreuse,

r est la mesure du rayon du pore, (m).

Préférentiellement, la composition gazeuse sous pression peut être un gaz préalablement comprimé et délivré dans le circuit d'alimentation à partir d'un réservoir de gaz sous pression. La composition gazeuse peut aussi être de l'air mis sous pression au moyen d'un compresseur, notamment provenant d'un réseau de distribution d'air comprimé.

Il est aussi possible de délivrer dans le circuit d'alimentation une quantité de composition gazeuse sous pression à partir d'une réserve d'un gaz ou d'une composition gazeuse liquéfié(e) et qui est détendu(e) préalablement à son introduction dans le circuit d'alimentation.

Préférentiellement, la composition gazeuse introduite dans le circuit d'alimentation est à une température de l'ordre de la température ambiante. Cependant, il est possible d'introduire dans le circuit d'alimentation, une composition gazeuse préalablement chauffée à une température supérieure à la température ambiante.

Avantageusement, on fait circuler la composition liquide d'alimentation et/ou la composition gazeuse dans le circuit d'alimentation de façon que le flux de la composition liquide d'alimentation et/ou de composition gazeuse soit sensiblement tangentiel à la première face principale de la membrane poreuse.

WO 2010/112776 7 PCT/FR2010/050618

Il est possible de faire circuler la composition liquide d'extraction dans le circuit d'extraction de façon que le flux de la composition liquide d'extraction soit sensiblement tangentiel à la deuxième face principale de la membrane poreuse. Ainsi, la direction du flux de la composition liquide d'alimentation et la direction du flux de la composition liquide d'extraction sont sensiblement perpendiculaires à la direction principale du flux de composé à l'état gazeux transféré entre les première et deuxième faces principales de la membrane poreuse.

5

10

15

20

25

30

Avantageusement, dans le cas d'un contacteur membranaire formé de fibres creuses, il est possible que la composition liquide d'alimentation s'écoule à l'intérieur des fibres sensiblement tangentiellement à la première face principale de la membrane poreuse et que la composition liquide d'extraction s'écoule à l'extérieur des fibres creuses dans une calandre selon un flux de direction sensiblement perpendiculaire à la deuxième face principale de la membrane poreuse.

Avantageusement et selon l'invention, on choisit la composition gazeuse dans le groupe formé de l'air atmosphérique, de l'azote, des gaz rares ou inertes -notamment l'argon et l'hélium-, et de l'un de leurs mélanges. En particulier, on choisit la composition gazeuse dans le groupe formé des gaz non miscibles avec la composition liquide d'alimentation.

Avantageusement et selon l'invention, on choisit la membrane poreuse dans le groupe formé des fibres creuses hydrophobes poreuses. On choisit préférentiellement un contacteur membranaire formé d'un faisceau de fibres creuses hydrophobes poreuses dans lequel la surface de contact des fibres creuses avec la composition liquide d'alimentation et avec la composition liquide d'extraction est augmentée par rapport au volume total du contacteur membranaire.

Un tel contacteur membranaire présente un premier compartiment, dit compartiment d'alimentation, en contact avec la première face principale de la membrane poreuse. Un tel compartiment d'alimentation comprend une entrée de fluide et une sortie de fluide adaptées pour que le flux de la

composition liquide d'alimentation et/ou de composition gazeuse se fasse, dans le compartiment d'alimentation, tangentiellement à la première face principale de la membrane poreuse.

Un tel contacteur membranaire présente en outre un deuxième compartiment, dit compartiment d'extraction, en contact avec la deuxième face principale de la membrane poreuse. Un tel compartiment d'extraction comprend une entrée de fluide et une sortie de fluide adaptées pour que le flux de la composition liquide d'extraction se fasse, dans le compartiment d'extraction, tangentiellement à la deuxième face principale de la membrane poreuse.

5

10

15

20

25

30

Avantageusement et selon l'invention, on fait circuler la composition liquide d'alimentation et la composition liquide d'extraction à contrecourant au contact respectivement des première et deuxième faces principales de la membrane poreuse.

Avantageusement et selon l'invention, le circuit d'alimentation comprenant un réservoir d'alimentation de composition liquide d'alimentation, on réalise une étape de purge du circuit d'alimentation dans laquelle on met ladite entrée de fluide du circuit d'alimentation en communication avec la source de composition gazeuse sous pression de façon à déplacer la composition liquide d'alimentation du circuit d'alimentation dans le réservoir d'alimentation.

Cette opération de purge du circuit d'alimentation permet de récupérer la totalité de la composition liquide d'alimentation concentrée, cette opération étant réalisée sans dilution de ladite composition liquide d'alimentation, ni introduction de la composition liquide d'alimentation dans les pores de la membrane poreuse.

Avantageusement et selon l'invention, on purge séquentiellement une première portion du circuit d'alimentation dans le réservoir d'alimentation, puis on purge une deuxième portion complémentaire du circuit d'alimentation dans le réservoir d'alimentation. Ainsi on réalise la purge totale du circuit d'alimentation en deux étapes successives.

Avantageusement et selon l'invention, lors de l'étape de

5

10

15

20

25

30

purge, on oriente le flux de ladite composition gazeuse alternativement dans la portion du circuit d'alimentation comprenant la membrane poreuse et dans la portion du circuit d'alimentation ne comprenant pas la membrane poreuse.

Avantageusement et selon l'invention, la composition gazeuse sous pression étant non miscible avec la composition liquide d'alimentation, on déplace d'abord la quantité de composition liquide d'alimentation de la portion du circuit d'alimentation comprenant le contacteur membranaire vers le réservoir d'alimentation, puis on déplace la quantité de composition liquide d'alimentation de la portion du circuit d'alimentation ne comprenant pas le contacteur membranaire vers le réservoir d'alimentation. Dans un tel procédé selon l'invention, on récupère sensiblement la totalité de la composition liquide d'alimentation du circuit d'alimentation dans le réservoir d'alimentation.

Avantageusement et selon l'invention, après l'étape de transfert osmotique, à l'issue de laquelle on forme une solution liquide d'alimentation concentrée et une composition liquide d'extraction diluée, on réalise une étape de recyclage de la composition liquide d'extraction diluée, dans laquelle :

- on maintient la composition liquide d'extraction diluée à une température prédéterminée,
- on maintient la circulation de la composition liquide d'extraction diluée dans le circuit d'extraction, de façon que la pression d'extraction soit inférieure à la pression de Laplace de ladite membrane poreuse,
- on met l'entrée de fluide du circuit d'alimentation en communication avec la source de composition gazeuse, ladite composition gazeuse étant apte à se charger d'un composé de la composition liquide d'extraction à l'état gazeux.

Les inventeurs ont observé que l'introduction d'une composition gazeuse sous pression permet de réaliser un transfert osmotique de vapeur d'eau de la solution liquide d'extraction vers la composition gazeuse qui se charge en vapeur d'eau. Ce faisant, les inventeurs ont observé qu'il est possible de

recycler par concentration une composition liquide d'extraction diluée lors d'une opération d'évaporation osmotique préalable.

Il est possible de réaliser une telle opération de recyclage de la composition liquide d'extraction qui soit plus rapide en augmentant le débit de gaz et la température de ladite solution d'extraction. Cependant, il est aussi possible de réaliser cette opération de recyclage de façon qu'elle se poursuive pendant une durée plus longue -notamment pendant la durée d'une nuit-. On choisira alors une valeur de débit de la composition gazeuse et une température de la solution d'extraction adaptées aux spécifications du contacteur membranaire.

5

10

15

20

25

Il est aussi possible de soumettre, lors de l'étape de recyclage, la composition gazeuse chargée de vapeur d'eau à un traitement de condensation de la vapeur d'eau sous pression réduite. En particulier, on réalise cette étape de condensation dans un dispositif de condensation connu en soi, notamment un dispositif de condensation sous pression réduite. Il est aussi possible de réaliser ce traitement de condensation de la vapeur d'eau à basse température, en utilisant un piège, en particulier un piège plongé dans un bain d'azote liquide.

Avantageusement et selon l'invention, la température prédéterminée est comprise entre 20°C et 95°C, notamment comprise entre 25°C et 70°C, en particulier de l'ordre de 70°C.

Avantageusement et selon l'invention, lors de l'étape de transfert osmotique, on maintient la température de la composition liquide d'extraction à une valeur comprise entre 5°C et 95°C.

L'invention s'étend en outre à un dispositif pour la mise en œuvre d'un procédé selon l'invention, comprenant :

- une membrane poreuse apte à permettre un transfert par osmose d'au moins un composé à l'état gazeux entre une première face principale et une deuxième face principale de cette membrane poreuse,
- un premier circuit, dit circuit d'alimentation, adapté pour assurer une circulation d'une composition liquide d'alimentation au contact de
 ladite première face de la membrane poreuse,

 un deuxième circuit, dit circuit d'extraction, adapté pour assurer une circulation d'une composition liquide d'extraction au contact de ladite deuxième face de la membrane poreuse, et,

dans lequel le circuit d'alimentation comprend au moins une entrée d'une composition gazeuse sous pression distincte de la composition liquide d'alimentation.

5

10

15

20

25

30

Un tel dispositif selon l'invention comprend un circuit d'alimentation adapté pour permettre une circulation de la composition liquide d'alimentation dans le circuit d'alimentation et au contact de la première face principale de la membrane poreuse et comprend en outre une entrée de composition gazeuse sous pression, dans le circuit d'alimentation.

Avantageusement et selon l'invention, ladite entrée de composition gazeuse sous pression comprend un dispositif d'admission sélective de la composition gazeuse dans le circuit d'alimentation, présentant au moins deux positions, adapté pour que :

- o dans une première position du dispositif d'admission sélective de la composition gazeuse, dite position close, la composition gazeuse sous pression n'est pas introduite dans le circuit d'alimentation, et,
- o dans une deuxième position du dispositif d'admission sélective de la composition gazeuse, dite position ouverte, la composition gazeuse sous pression est introduite dans le circuit d'alimentation.

Le dispositif d'admission sélective de la composition gazeuse dans le circuit d'alimentation peut être une vanne à vis, en particulier une vanne à vis micrométrique, adapté pour permettre le réglage du débit et de la pression de ladite composition gazeuse dans le circuit d'alimentation. Ainsi, il est possible d'adapter le débit et la pression de la composition gazeuse sous pression dans le circuit d'alimentation en fonction du mode d'utilisation du dispositif.

La vanne peut être aussi une vanne d'arrêt présentant un levier d'obstruction rappelé en position fermée par un ressort. Ainsi, la pression exercée sur la vanne d'arrêt par l'utilisateur permet de délivrer dans le circuit

d'alimentation, une quantité de ladite composition gazeuse stockée sous une pression supérieure à la pression atmosphérique dans un récipient, une cartouche ou un réseau de distribution de composition gazeuse.

Avantageusement et selon l'invention, ladite entrée de composition gazeuse sous pression comprend une vanne trois voies d'admission, dite vanne d'admission, de la composition gazeuse sous pression dans le circuit d'alimentation, adaptée pour que :

5

10

15

20

25

30

- dans un premier état de la vanne d'admission, la composition gazeuse sous pression est introduite dans une partie du circuit d'alimentation, et ne s'écoule pas dans la partie complémentaire de ladite portion du circuit d'alimentation.
- dans un deuxième état de la vanne d'admission, la composition gazeuse sous pression s'écoule dans la partie complémentaire du circuit d'alimentation et ne s'écoule pas dans la partie du circuit d'alimentation comprenant la membrane poreuse,
- dans un troisième état de la vanne d'admission, la composition gazeuse sous pression ne s'écoule pas dans le circuit d'alimentation.

Avantageusement, on utilise une vanne d'admission manuelle, c'est-à-dire susceptible d'être actionnée par l'utilisateur, ou une vanne robotisée susceptible d'être programmée et pilotée en l'absence de l'utilisateur. On utilise une telle vanne d'admission pour permettre successivement les opérations de traitement de la composition liquide d'alimentation par évaporation osmotique, les opérations de purge de la composition liquide d'alimentation dans le réservoir d'alimentation et les opérations de concentration par évaporation de la composition liquide d'extraction.

Avantageusement et selon l'invention, le circuit d'alimentation comprend au moins un dispositif d'arrêt du flux de la composition liquide d'alimentation et de la composition gazeuse dans le circuit d'alimentation. En particulier, le circuit d'alimentation d'un dispositif d'évaporation osmotique selon l'invention comprend deux dispositifs d'arrêt de flux de fluide(s) dans le

WO 2010/112776 13 PCT/FR2010/050618

5

10

15

20

25

30

circuit d'alimentation, placés dans le circuit d'alimentation respectivement en amont de l'entrée de composition gazeuse dans le circuit d'alimentation et en aval du compartiment d'alimentation du contacteur membranaire.

Ces dispositifs d'arrêt de flux peuvent être des vannes adaptées pour que dans un premier état desdites vannes, la composition liquide d'alimentation et/ou la composition gazeuse s'écoule(nt) dans la partie amont du circuit d'alimentation, ladite partie amont ne comprenant pas le contacteur membranaire, et pour que dans un deuxième état desdites vannes, la composition liquide d'alimentation et/ou la composition gazeuse s'écoule(nt) dans la partie aval, complémentaire de ladite partie amont, du circuit d'alimentation.

Avantageusement et selon l'invention, le dispositif d'arrêt de flux de la composition liquide d'alimentation et de la composition gazeuse dans le circuit d'alimentation est formé d'un raccord démontable en deux parties, comprenant une partie amont et d'une partie aval complémentaire de ladite partie amont, ledit raccord démontable étant adapté pour que :

 dans un premier état dudit raccord démontable, dit état déconnecté, ladite partie amont et ladite partie aval du raccord démontable sont dissociées et sont hermétiques à la composition liquide d'alimentation et à la composition gazeuse,

 dans un deuxième état dudit raccord démontable, dit état connecté, ladite partie amont et ladite partie aval du raccord démontable sont associées et forment une connexion étanche à la composition liquide d'alimentation et à la composition gazeuse qui s'écoulent à travers ledit raccord démontable dans le circuit d'alimentation.

En particulier, le(s) dispositif(s) d'arrêt de flux du circuit d'alimentation sont des raccords démontables adaptés pour qu'une communication étanche de fluides (liquide et/ou gazeux) soit établie entre les deux parties dudit raccord démontable dès lors que le raccord démontable est dans un premier état connecté dudit raccord, et que la communication ne soit pas établie entre les parties amont et aval dudit raccord démontable qui restent étanches à la composition

WO 2010/112776 14 PCT/FR2010/050618

liquide d'alimentation dès lors que le raccord démontable est dans un deuxième état déconnecté dudit raccord.

Avantageusement, ces raccords étant des raccords démontables en deux parties complémentaires, l'une des deux parties du premier et du deuxième raccord est accessible sur l'une des faces extérieure du dispositif d'évaporation osmotique selon l'invention. Ainsi, l'utilisateur peut aisément réaliser les opérations de connexion/déconnexion nécessaires à la conduite d'une opération d'évaporation osmotique.

5

10

15

20

25

30

Avantageusement et selon l'invention, le dispositif d'évaporation osmotique comprend, à titre de raccord(s) démontable(s), un raccord d'entrée de composition liquide d'alimentation dans le contacteur membranaire et un raccord de sortie de composition liquide d'alimentation du contacteur membranaire choisi dans le groupe formé des coupleurs zéro-gouttes. Avantageusement, les deux raccords d'entrée d'alimentation et de sortie d'alimentation sont des coupleurs de type zéro-goutte.

Avantageusement et selon l'invention, au moins l'un du dispositif d'admission sélective et de la vanne d'admission est une électrovanne.

Avantageusement et selon l'invention, le dispositif d'extraction osmotique comprend un dispositif unique de régulation de température apte à maintenir la composition liquide d'extraction à une température prédéterminée comprise entre 5°C et 95°C.

Les inventeurs ont observé qu'une membrane poreuse de transfert par osmose d'un composé à l'état gazeux se comporte comme un organe d'échange de composés gazeux par osmose, mais qu'elle se comporte aussi, et de façon surprenante, comme un échangeur thermique. Ainsi un dispositif d'extraction osmotique selon l'invention ne présentant qu'un seul dispositif de régulation de la température placé dans le circuit d'extraction, en particulier placé dans la cuve d'extraction permet de contrôler et réguler la température de la composition liquide d'extraction, la température de la composition liquide d'alimentation et la température de transfert osmotique.

WO 2010/112776 15 PCT/FR2010/050618

Avantageusement un tel dispositif unique de régulation de la température placé dans la solution d'extraction comprend un bloc de régulation de la température adapté pour réguler la température d'un fluide de régulation thermique circulant dans un diffuseur thermique plongeant dans la composition liquide d'extraction.

5

10

15

20

25

30

Avantageusement, le diffuseur thermique plongeant dans la liquide composition d'extraction comprend aussi des dispositifs de connexion/déconnexion rapide et de grande sécurité, notamment des raccords zérogouttes, adaptés pour mettre le bloc de régulation thermique en communication de fluide avec le dispositif de régulation thermique. Dans un mode particulier d'utilisation d'un tel dispositif d'évaporation osmotique, dans lequel l'évaporateur osmotique est susceptible d'être transporté et déplacé entre deux sites d'utilisation, on déconnecte les dispositifs de connexion/déconnexion rapide, sans perte de fluide de régulation thermique.

l'invention. Avantageusement selon le circuit et d'alimentation comprend au moins une pompe, notamment une pompe volumétrique, en particulier une pompe à engrenages adaptée pour générer un flux de la composition liquide d'alimentation dans le circuit d'alimentation et au contact de la première face principale de la membrane poreuse du contacteur membranaire, ladite pompe étant placée entre une sortie de fluide d'alimentation du contacteur membranaire et le raccord de sortie d'alimentation. Préférentiellement, la pompe du circuit d'alimentation est interposée en communication de fluide entre le raccord d'entrée de composition liquide d'alimentation du dispositif d'extraction osmotique et l'entrée de fluide du contacteur membranaire, c'est-à-dire en amont du contacteur membranaire et de ladite entrée de composition gazeuse.

Avantageusement, une telle pompe du circuit d'alimentation est adaptée pour supporter les pertes de charge de la composition liquide d'alimentation dans le circuit d'alimentation et pour permettre la circulation dudit fluide sans nécessiter d'opération d'amorçage préalable de ladite pompe. En outre et avantageusement une telle pompe est adaptée pour permettre de maintenir le débit

de la composition liquide d'alimentation à une valeur constante en dépit de l'augmentation de la viscosité de ladite composition liquide d'alimentation.

Avantageusement et selon l'invention, le circuit d'extraction comprend au moins une pompe centrifuge adaptée pour entraîner la composition liquide d'extraction dans le circuit d'extraction à travers le contacteur membranaire, ladite pompe centrifuge étant placée dans le circuit d'extraction entre une sortie de composition liquide d'extraction du réservoir d'extraction et l'entrée de composition liquide d'extraction du contacteur membranaire.

5

10

15

20

25

Avantageusement et selon l'invention, le réservoir d'extraction comprend un premier capteur, dit capteur haut d'extraction, du niveau de composition liquide d'extraction dans le réservoir d'extraction. Un tel capteur haut d'extraction est avantageusement relié à un dispositif d'interruption de la circulation de la composition liquide d'extraction dans le circuit d'extraction, et permettant d'éviter tout risque de débordement de ladite composition liquide d'extraction du réservoir d'extraction.

Avantageusement et selon l'invention, le réservoir d'extraction comprend un second capteur, dit capteur bas d'extraction, du niveau de composition liquide d'extraction dans le réservoir d'extraction. Un tel capteur bas d'extraction est notamment adapté pour indiquer à l'utilisateur que la composition liquide d'extraction est à nouveau prête à l'emploi pour une étape subséquente d'évaporation osmotique. En outre, un tel capteur est adapté pour éviter que la pompe fonctionne à sec.

Avantageusement et selon l'invention, le réservoir d'alimentation comprend un capteur de débit du fluide d'alimentation dans le circuit d'alimentation adapté pour interrompre la circulation du fluide d'alimentation dans le circuit d'alimentation lorsque le volume de la solution d'alimentation a atteint une valeur prédéterminée. En particulier, un tel capteur de débit peut être adapté pour interrompre le fonctionnement de la pompe du circuit d'alimentation.

Avantageusement et selon l'invention, le dispositif 30 d'évaporation osmotique est équipé d'organes émetteurs d'un signal lumineux et/ou sonore susceptible d'être perçu par l'utilisateur et témoignant de l'état de marche/arrêt de la pompe d'alimentation, de la pompe d'extraction et de l'état des moyens d'introduction de la composition gazeuse dans le circuit d'alimentation.

Avantageusement et selon l'invention, un dispositif selon l'invention comprend en outre des moyens manuels de mise en marche/arrêt de la pompe d'alimentation, de la pompe d'extraction et de l'électrovanne d'introduction de la composition gazeuse dans le circuit d'alimentation.

L'invention concerne également un dispositif d'évaporation osmotique et un procédé utilisant un tel dispositif caractérisé en combinaison par tout ou partie des caractéristiques mentionnées ci-dessus ou ci-après.

10

15

20

25

30

D'autres buts, caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront à la lecture de la description suivante qui se réfère aux figures annexées représentant des modes de réalisation préférentiels de l'invention, donnés uniquement à titre d'exemples non limitatifs, et dans lesquelles :

- la figure 1 est une représentation schématique hors
 proportions d'un dispositif selon l'invention illustrant un premier mode de réalisation particulier d'un dispositif selon l'invention,
- la figure 2 est une représentation schématique hors proportions d'une variante d'un dispositif selon l'invention,
- la figure 3 est une représentation schématique hors proportions d'un dispositif selon le premier mode de réalisation illustrant une étape d'un procédé d'évaporation osmotique,
 - la figure 4 est un schéma synoptique illustrant un procédé d'évaporation osmotique mettant en œuvre un dispositif d'évaporation osmotique selon l'invention.

Un dispositif 1 d'évaporation osmotique selon l'invention représenté en figure 1, comprend un contacteur 2 membranaire comprenant au moins une membrane 30 poreuse d'échange d'au moins un composé à l'état gazeux entre une première face principale de ladite membrane 30 poreuse en contact avec une composition 5 liquide d'alimentation circulant dans un compartiment 31

5

10

15

20

25

30

d'alimentation, et une deuxième face principale en contact avec une composition 3 liquide d'extraction circulant dans un compartiment 32 d'extraction dudit contacteur 2 membranaire.

On utilise un tel contacteur 2 membranaire adapté pour que la composition 5 liquide d'alimentation et la composition 3 liquide d'extraction ne pénètrent pas sensiblement à l'intérieur des pores de la membrane 30 poreuse et forment à l'intérieur desdits pores et entre les deux compositions liquides -qui sont par nature éventuellement miscibles- une couche gazeuse de séparation. Ainsi, les deux compositions liquides ne sont pas en contact l'une avec l'autre. On utilise un tel contacteur 2 membranaire à membrane 30 poreuse hydrophobe interposée entre une composition 5 liquide d'alimentation hydrophile et une composition 3 liquide d'extraction hydrophile interposée entre une composition 5 liquide d'alimentation hydrophobe et une composition 3 liquide d'extraction hydrophobe.

On utilise préférentiellement un contacteur 2 membranaire à fibres creuses hydrophobes formant la membrane 30 poreuse. En général, la composition 5 liquide d'alimentation est en contact avec la face principale formant l'intérieur des fibres creuses, et la composition 3 liquide d'extraction circule dans la calandre du contacteur 2 membranaire et est en contact avec la face principale formant l'extérieur des fibres creuses. En particulier, on utilise un contacteur 2 membranaire à fibres en polypropylène du type X40 ou X50 (Liqui-Cel® Extraflow 2,5x8", Membrana GmbH, Wuppertal, Allemagne). On choisit un tel contacteur 2 membranaire en fonction du diamètre des pores des fibres creuses. Ce diamètre peut varier selon les modèles entre 30 nm et 300 nm et la porosité est de l'ordre de 25% à 50%.

A titre indicatif, la pression de Laplace d'un tel contacteur 2 membranaire à fibres en polypropylène de porosité de 30 nm, dont l'angle de contact avec l'eau est de 105° est, considérant une tension de surface air/eau de 73.10⁻³ N/m, de 23500 hPa (23,5 bars).

Il est aussi possible d'utiliser un contacteur 2 membranaire à

WO 2010/112776 19 **PCT/FR2010/050618**

5

10

15

20

25

30

fibres creuses hydrophobes formées d'une résine polymère apolaire et hydrophobe de type polyoléfine, en particulier en polyéthylène (PE), ou du type perfluorocarbone du type PTFE (poly-tétrafluoro-éthylène) ou PVDF (difluorure de polyvinylidène) ou PFA (PerFluoroAlcoxy), ou du type PolyEtherEtherKetone (PEEK) ou encore à fibres céramiques hydrophobes ou rendues hydrophobes.

Dans un mode particulier de réalisation d'un dispositif selon l'invention on peut utiliser un contacteur 2 membranaire comprenant des fibres creuses formées d'une résine thermoplastique per-fluorée à base de poly(TFE-co-TFAVE) tel que le contacteur membranaire pHasor®II (Entegris SAS, Moirans, France.

Cependant, il est aussi possible d'utiliser à titre de contacteur 2 membranaire, tout dispositif comprenant une membrane 30 poreuse hydrophobe présentant toute autre forme, notamment une membrane 30 poreuse plane séparant le compartiment 31 d'alimentation et le compartiment 32 d'extraction.

Un tel contacteur 2 membranaire d'un dispositif selon l'invention présente une entrée 7 de fluide dans le compartiment 31 d'alimentation et une sortie 8 de fluide du compartiment 31 d'alimentation. Préférentiellement, il comprend une entrée 10 de composition 3 liquide d'extraction dans le compartiment 32 d'extraction et une sortie 9 de composition 3 liquide d'extraction du compartiment 32 d'extraction. Ces entrées 7, 10 et ces sorties 8, 9 du contacteur 2 membranaire forment des connexions étanches aux fluides, c'est-à-dire aux liquides et aux gaz, avec des tuyaux du circuit 6 d'alimentation et du circuit 4 d'extraction.

Les tuyaux utilisés pour former les connexions étanches aux fluides entre les éléments constitutifs du circuit 6 d'alimentation et du circuit 4 d'extraction peuvent être des tuyaux en polymère thermoplastique souple. Un tel polymère est choisi pour résister chimiquement au contact avec des solvants et des solutions aqueuses salines, neutres, acides ou basiques. Il s'agit préférentiellement de tuyaux en PVDF (PolyFluorure de VinyliDène), en particulier en PTFE (PolyTétraFluoroEthylène). Il est aussi possible d'utiliser des tuyaux de marque Tygon®2075 (Saint-Gobain, France), ou encore des tuyaux thermoplastiques en

WO 2010/112776 20 PCT/FR2010/050618

polyamide de la marque Rilsan[®]. En outre, les tuyaux formant le circuit 6 d'alimentation peuvent être en acier inoxydable.

En particulier, on utilise des matériaux chimiquement inertes au contact de la composition 5 liquide d'alimentation, de la composition 3 liquide d'extraction et de la composition 21 gazeuse. Par matériau chimiquement inerte vis-à-vis de la composition 5 liquide d'alimentation, de la composition 3 liquide d'extraction et de la composition 21 gazeuse, on entend un matériau qui ne modifie pas sensiblement la composition ni de la composition 5 liquide d'alimentation, ni de la composition 3 liquide d'extraction, ni de la composition 21 gazeuse lors de leur circulation dans le circuit 6 d'alimentation et dans le circuit 4 d'extraction.

5

10

15

20

25

30

Le réservoir 11 d'extraction peut être une cuve constituée d'un matériau inerte vis-à-vis de la composition3 liquide d'extraction, notamment en verre, ou en polyéthylène (PE), ou en polyéthylène haute densité (PEHD) ou en polypropylène (PP). De tels matériaux sont en outre susceptible d'être stérilisées/décontaminées lors d'un traitement à la chaleur humide, en particulier par autoclavage. En particulier, le réservoir 11 d'extraction est une cuve de stockage d'un volume de l'ordre de 10 L adaptée pour recevoir des solutions liquides, éventuellement corrosives, et dont le bouchon à vis en polypropylène présente deux tubulures étanches d'entrée et de sortie de composition 3 liquide d'extraction du circuit 4 d'extraction. Ainsi, dans ce mode particulier de réalisation, le réservoir 11 d'extraction est un réservoir étanche. Pour une utilisation d'un dispositif 1 d'évaporation osmotique à l'échelle préindustrielle, notamment dans le cadre d'une unité pilote, le volume du réservoir 11 d'extraction est préférentiellement supérieur à 10 L.

Le réservoir 11 d'extraction est équipé d'un dispositif de régulation thermique adapté pour contrôler et maintenir la température de la composition 3 liquide d'extraction à une température prédéterminée. A titre d'exemple non limitatif, on choisit un cryo-thermostat, notamment du type Polystat (HUBER, Offenbourg, Allemagne) comprenant une interface de contrôle CC2 et dont la circulation 22 externe est plongée dans le réservoir 11 d'extraction.

5

10

15

20

25

30

L'utilisation d'un régulateur thermique unique et d'une circulation 22 externe unique au contact du seul circuit 4 d'extraction permet de réduire la consommation énergétique d'une telle opération d'évaporation osmotique avec une efficacité d'évaporation conservée.

Le réservoir 11 d'extraction peut être outre équipé d'un capteur 28 de niveau haut de composition 3 liquide d'extraction. Un tel capteur 28 est adapté pour détecter l'augmentation du niveau de liquide dans le réservoir 11 d'extraction et informer l'utilisateur que le réservoir 11 d'extraction a atteint sa capacité maximale. Un tel capteur 28 de niveau de liquide haut peut être couplé à un dispositif d'arrêt d'une pompe 33 centrifuge du circuit 4 d'extraction ou d'une pompe 27 à engrenages du circuit 6 d'alimentation.

Il est aussi possible que le réservoir 11 soit équipé d'un capteur 34 de niveau de liquide bas. Un tel capteur 34 est adapté pour prévenir l'utilisateur de la baisse du niveau de la composition 3 liquide d'extraction notamment lors d'une opération de recyclage de la composition 3 liquide d'extraction.

Le circuit 4 d'extraction comprend en outre une purge 35 de la composition 3 liquide d'extraction adaptée pour permettre, le cas échéant, de vidanger la cuve 11 d'extraction et le circuit 4 d'extraction.

Un dispositif selon l'invention représenté en figure 1, comprend en outre deux pompes adaptées pour entrainer la circulation de la composition 5 liquide d'alimentation dans le circuit 6 d'alimentation et de la composition 3 liquide d'extraction dans le circuit 4 d'extraction. Les pompes sont choisies parmi les pompes centrifuges, notamment les pompes centrifuges à entrainement magnétique et les pompes à engrenages. On choisit de telles pompes pour leurs performances à l'entrainement d'un fluide (résistance à la pression, à la température), pour leur faible encombrement et pour leur fiabilité à l'usage.

A titre d'exemple non limitatif, on choisit une pompe 33 centrifuge, notamment une pompe centrifuge à entraînement magnétique, parmi les modèles MD 20 LC (IWAKI, Marcoussis, France), MD 70 RZ(M) (IWAKI,

WO 2010/112776 22 PCT/FR2010/050618

Marcoussis, France). Une telle pompe 33 centrifuge est placée en position basse dans le circuit 4 d'extraction et permet la circulation de la composition 3 liquide d'extraction avec un débit compris entre 10 kg/h et 650 kg/h. En particulier, la pompe 33 centrifuge est placée entre une sortie 40 basse de la cuve 11 d'extraction et 1'entrée 10 de composition 3 liquide d'extraction dans le contacteur 2 membranaire. Ainsi, la pompe 33 centrifuge est en charge dès lors que la purge 35 n'est pas ouverte.

5

10

15

20

25

30

A titre d'exemple non limitatif, on choisit une pompe 27 à engrenages du type MDG, en particulier MDG H2TA (IWAKI, Marcoussis, France), présentant une bonne tenue en température jusqu'à 95°C, et à des pressions élevées jusqu'à 6 bars.

Avantageusement, on place une telle pompe 27 à engrenages dans le circuit 6 d'alimentation. La pompe 27 à engrenages permet un amorçage aisé de la pompe et l'entrainement de la composition 5 liquide d'alimentation dans le circuit 6 d'alimentation. Une pompe à engrenage peut être placée en amont du contacteur 2 membranaire selon l'usage fait du dispositif selon l'invention.

Avantageusement, on place les pompes 27, 33 dans les circuits 6 d'alimentation et 4 d'extraction de façon que l'écoulement des fluides s'effectue à contrecourant dans le contacteur 2 membranaire. On obtient ainsi une efficacité de transfert osmotique optimal. Cependant, il est aussi possible de placer les pompes 27, 33 de façon que l'écoulement des fluides s'effectue de façon concourante.

On contrôle le débit des compositions 3, 5 liquides dans les circuits 6 d'alimentation et 4 d'extraction par des moyens adaptés connus en soi, notamment un variateur de fréquence appliqué aux bornes des pompes 27, 33, ou une vanne de régulation de débit, un dispositif de dérivation « by-pass », ou par l'utilisation de pompes de dimensions adaptées pour l'obtention d'un tel débit.

Dans une première application particulière d'un dispositif 1 selon l'invention, la composition 3 liquide d'extraction est une solution d'un soluté à haute concentration dans l'eau -notamment une solution saturée dudit soluté-,

adapté pour diminuer l'activité de l'eau dans la composition 3 liquide d'extraction. Ainsi une telle composition 3 liquide d'extraction est adaptée pour permettre l'extraction de l'eau d'une composition 5 liquide d'alimentation aqueuse et pour accroître la concentration des solutés de ladite composition 5 liquide d'alimentation aqueuse. Le soluté de la composition 3 liquide d'extraction peut être un sel de solubilité élevée dans l'eau -notamment de solubilité supérieure à 20 g/100 mL-. La composition 3 liquide d'extraction est alors une saumure formée d'au moins l'un des composés choisis parmi :

5

15

20

25

30

- le chlorure de calcium (CaCl₂, 22.231-3, Sigma-Aldrich,
 Saint Louis, MO, USA) à 40% (poids/poids) dans l'eau, ou,
 - l'hydrogénophosphate bipotassique (K₂HPO₄, Riedel-de Haën, Saint Louis, MO, USA) à 55% (poids/poids) dans l'eau, ou,
 - l'hydroxyde de sodium (NaOH, Prolabo, Fontenay-sous-Bois, France) à 30% (poids/poids) dans l'eau,
 - ou le chlorure de sodium (NaCl) à saturation dans l'eau.

Le soluté de la composition 3 liquide d'extraction peut aussi être un polyol soluble dans l'eau, notamment du glycérol (CIP 6193661, Laboratoires Gifrer Barbezat, Decines, France) à 70% (poids/poids) dans l'eau.

Dans une deuxième application particulière d'un dispositif 1 selon l'invention, la composition 3 liquide d'extraction est une solution d'un acide non volatil dans l'eau, notamment de l'acide sulfurique (H₂SO₄) ou de l'acide phosphorique (H₃PO₄), adaptée pour permettre l'extraction, la neutralisation et le piégeage d'un composé volatil basique, notamment de l'ammoniac d'une solution d'alimentation ammoniaquée. En particulier la concentration de cet acide dans l'eau est de l'ordre de la normalité (1 N).

Dans le mode de réalisation particulier d'un dispositif 1 selon l'invention représenté en figure 1, les moyens d'introduction de la composition 21 gazeuse sous pression comprennent une entrée 13 de composition gazeuse sous pression dans le circuit 6 d'alimentation, un dispositif 12 d'entrée de la composition 21 gazeuse sous pression et des raccords 18, 20 de mise en communication de fluide

WO 2010/112776 24 PCT/FR2010/050618

5

10

15

20

25

30

du contacteur 2 membranaire et de la composition 5 liquide d'alimentation du réservoir 19 d'alimentation. Ces raccords d'entrée 18 et de sortie 20 sont situés sur une face extérieure du dispositif 1 d'évaporation osmotique de façon à être aisément manipulables par l'utilisateur.

Ces raccords d'entrée 18 et de sortie 20 sont adaptés pour permettre une connexion/déconnexion de deux parties complémentaires de ces raccords. Ils sont adaptés pour former une communication de fluide entre la partie du circuit 6 d'alimentation interne au dispositif 1 d'évaporation osmotique et le réservoir 19 d'alimentation extérieur au dispositif 1 d'évaporation osmotique lorsque les deux parties complémentaires des raccords 18, 20 sont connectées.

Ces raccords d'entrée 18 et de sortie 20 sont en outre adaptés pour former un clapet d'obturation lorsque les deux parties complémentaires sont dissociées. En particulier, ces raccords 18, 28 sont choisis parmi les connecteurs de fluide, notamment les coupleurs zéro-goutte. A titre d'exemple, un tel coupleur zéro-goutte peut être du type NS4 (Colder Products Company GmbH, Mainz-Kastel, Allemagne). En particulier un coupleur zéro-goutte en formé d'un matériau choisi parmi le polypropylène, le polypropylène chargé de verre, présentant une compatibilité chimique avec les solvants et/ou les solutions aqueuses salines basiques, acides ou neutres utilisées. Selon les applications, un tel coupleur peut être du type raccord à coiffe ou du type raccord en ligne cannelé.

Un dispositif selon l'invention représenté figure 1 comprend en outre un organe 35 de purge de la composition 3 liquide d'extraction du circuit 4 d'extraction. Un tel organe 35 de purge est adapté pour permettre la vidange du circuit 4 d'extraction en vue du remplacement de ladite composition 3 liquide d'extraction.

Le réservoir 19 d'alimentation d'un dispositif 1 selon l'invention peut comprendre un capteur 29 de niveau de liquide bas adapté pour détecter la baisse du niveau de la solution 5 d'alimentation dans le réservoir 19 d'alimentation lors d'une étape 40 d'un traitement d'évaporation osmotique. Un tel capteur 29 peut être en outre relié à un dispositif d'arrêt de la pompe 27 du circuit 6

5

10

15

20

25

30

d'alimentation et/ou de la pompe 33 du circuit 4 d'extraction de façon à interrompre l'écoulement de la composition 3 liquide d'extraction dans le circuit 4 d'extraction et de la solution 5 d'alimentation dans le circuit 6 d'alimentation lorsque le niveau requis de la solution 5 d'alimentation dans le réservoir 19 d'alimentation est atteint.

Un dispositif selon l'invention représenté figure 1 peut comprendre un capteur 37 de débit de la composition 21 gazeuse sous pression dans le circuit 6 d'alimentation. Un tel capteur 37 de débit peut être couplé à un organe d'alerte visuelle ou sonore et est adapté pour indiquer rapidement à l'utilisateur le mode de fonctionnement activé du dispositif 1 selon l'invention.

Un tel dispositif d'évaporation osmotique selon l'invention comprend en outre un organe de mesure du débit de la composition 5 liquide d'alimentation dans le circuit 6 d'alimentation. Un tel organe de mesure peut être couplé à un organe d'alerte visuelle ou sonore et est adapté pour alerter l'utilisateur des risques d'endommagement de la pompe 27 à engrenage dès lors que la pompe 27 à engrenage fonctionne en absence de composition 5 liquide d'alimentation.

Dans une deuxième variante d'un dispositif 1 selon l'invention représenté en figure 2, les moyens 23 d'introduction de la composition 21 gazeuse sous pression comprennent une vanne 24 d'admission à trois voies adaptée pour placer en communication de fluide alternativement deux des trois entrées de ladite vanne 24 d'admission.

Ainsi, dans une première position de la vanne 24 d'admission, la composition 21 gazeuse n'est pas introduite dans le circuit 6 d'alimentation, et la composition 5 liquide d'alimentation s'écoule à partir du réservoir 19 d'alimentation, à travers le raccord 18 d'entrée de la composition 5 liquide d'alimentation, dans la pompe 27, puis à travers la vanne 24 d'admission, dans le compartiment 31 d'alimentation du contacteur 2 membranaire à travers le raccord 20 de sortie de composition 5 liquide d'alimentation et débouche dans le réservoir 19 d'alimentation.

Dans une deuxième position non représentée de la vanne 24 d'admission, la composition 21 gazeuse sous pression est introduite dans le circuit 6

WO 2010/112776 26 PCT/FR2010/050618

d'alimentation et circule dans la partie complémentaire du circuit 6 d'alimentation ne comprenant pas le contacteur 2 membranaire, traverse le raccord 18 d'entrée de composition 5 liquide d'alimentation et purge ladite partie complémentaire du circuit 6 d'alimentation dans le réservoir 19 d'alimentation. La composition 21 gazeuse sous pression n'est pas introduite dans la partie complémentaire du circuit 6 d'alimentation comprenant le contacteur 2 membranaire.

5

10

15

20

25

30

Dans une troisième position de la vanne 24 d'admission, la composition 21 gazeuse sous pression est introduite dans le circuit 6 d'alimentation et circule dans la partie complémentaire du circuit 6 d'alimentation comprenant le contacteur 2 membranaire et purge la composition 5 liquide d'alimentation de ladite partie complémentaire (comprenant le compartiment 31 d'alimentation du contacteur 2 membranaire). La composition 21 gazeuse sous pression n'est pas introduite dans la partie complémentaire du circuit 6 d'alimentation ne comprenant pas le contacteur 2 membranaire.

Dans cette deuxième variante d'un dispositif 1 d'évaporation osmotique selon l'invention représenté en figure 2, les raccords 18 et 20 d'entrée et de sortie de composition 5 liquide d'alimentation dans le dispositif 1 d'évaporation osmotique sont en position connectée et la composition 5 liquide d'alimentation s'écoule dans le circuit 6 d'alimentation. Dans un dispositif 1 d'évaporation osmotique selon l'invention représenté en figure 2, il n'est pas nécessaire de déconnecter alternativement les raccords 18 et 20 d'entrée et de sortie de la composition 5 liquide d'alimentation pour réaliser la purge du circuit 6 d'alimentation. On réalise l'introduction alternative de la composition 21 gazeuse dans le circuit 6 d'alimentation en plaçant successivement ladite vanne 24 d'admission à trois voies dans lesdites deuxième et troisième positions.

Dans une troisième variante d'un dispositif 1 d'évaporation osmotique représenté en figure 3, la composition 21 gazeuse sous pression est contenue dans une cartouche 36 de gaz sous pression. En particulier la cartouche 36 de gaz sous pression est mise en communication de fluide avec le circuit 6 d'alimentation. Les moyens d'entrée de la composition 21 gazeuse sous pression

WO 2010/112776 27 PCT/FR2010/050618

dans le circuit 6 d'alimentation du dispositif 1 comprennent un dispositif 12 d'admission sélective de la composition 21 gazeuse sous pression formé d'une vanne à vis micrométrique et adapté pour mettre le circuit 6 d'alimentation en communication de fluide avec la composition 21 gazeuse et pour contrôler le débit d'entrée et la pression de ladite composition 21 gazeuse dans le circuit 6 d'alimentation.

5

10

15

20

25

30

La composition 21 gazeuse sous pression, peut être formée d'air atmosphérique comprimé provenant d'un réseau de distribution d'air comprimé. Alors, on préfèrera purifier ledit air comprimé par filtration sur filtre de porosité sensiblement de l'ordre de 0,2 µm pour éliminer les huiles générées par le compresseur et les particules en suspension dans l'air comprimé.

A titre de composition 21 gazeuse, il est aussi possible d'utiliser une réserve d'un gaz ou de plusieurs gaz liquéfié(s) sous pression, notamment une bouteille de gaz équipée d'un détendeur et d'une vanne micrométrique de régulation du débit. Selon le grade du gaz liquéfié sous pression dans la bouteille, on pourra utiliser directement le gaz sans purification ou encore préférer purifier le gaz par filtration.

Dans la troisième variante d'un dispositif 1 d'évaporation osmotique représenté en figure 3, le raccord 18 d'entrée de la composition 5 liquide d'alimentation dans le dispositif 1 d'évaporation osmotique est en position déconnectée, et on établit une communication de fluide entre la cartouche 36 de composition 21 gazeuse sous pression et le circuit 6 d'alimentation par le dispositif 12 d'entrée de ladite composition 21 gazeuse. La composition 21 gazeuse sous pression, distincte et non miscible avec la composition 5 liquide d'alimentation, s'écoule dans le circuit 6 d'alimentation et déplace la solution 5 d'alimentation dans le compartiment 31 d'alimentation vers le raccord 20 de sortie de la composition 5 liquide d'alimentation et le réservoir 19 d'alimentation. Puis, on interrompt la communication de fluide entre la cartouche 36 et le circuit 6 d'alimentation par le dispositif 12 d'entrée de ladite composition 21 gazeuse sous pression, on connecte le raccord 18 d'entrée de fluide, on déconnecte le raccord 20 de sortie de fluide et

WO 2010/112776 28 PCT/FR2010/050618

on établit une communication de fluide entre la cartouche 36 de composition 21 gazeuse et le circuit 6 d'alimentation par le dispositif 12 d'entrée de ladite composition 21 gazeuse sous pression. La composition 21 gazeuse sous pression s'écoule dans le circuit 6 d'alimentation et déplace la solution 5 d'alimentation de la partie complémentaire du circuit 6 d'alimentation ne comprenant pas le compartiment 31 d'alimentation, vers le raccord 18 d'entrée de la composition 5 liquide d'alimentation et vers le réservoir 19 d'alimentation.

5

10

15

20

25

30

Dans un procédé de traitement d'une composition 5 liquide d'alimentation à concentrer représenté figure 4, on utilise un dispositif 1 selon l'invention dans lequel on réalise une étape 40 d'évaporation osmotique entre la composition 5 liquide d'alimentation et une composition 3 liquide d'extraction. On réalise cette étape 40 d'évaporation osmotique pendant une durée suffisante pour permettre le transfert osmotique d'eau de la solution 5 d'alimentation vers la composition 3 liquide d'extraction, notamment formée d'une saumure. En particulier, pour cette étape 40 d'évaporation osmotique, dans laquelle la température de la composition 3 liquide d'extraction est fixée à 20°C, on multiplie la concentration du soluté de la solution 5 d'alimentation par un facteur 10 en 85 min, générant ainsi un flux d'eau entre les deux faces principales du contacteur 2 membranaire de 0,6 L/h. Pour cette étape 40 d'évaporation osmotique conduite à 50°C, la valeur du flux d'eau de 4,3 L/h.

Dans une étape 41 de purge ultérieure, lors de laquelle on introduit dans le circuit 6 d'alimentation d'un dispositif 1 d'évaporation osmotique une quantité de composition 21 gazeuse, on déplace la composition 51 liquide d'alimentation concentrée du circuit 6 d'alimentation et du compartiment 31 d'alimentation du contacteur 2 membranaire dans le réservoir 19 d'alimentation.

Lors d'une étape 42 de recyclage de la composition 3 liquide d'extraction, on forme, dans le circuit 6 d'alimentation du dispositif 1 d'évaporation osmotique, un flux de composition 21 gazeuse apte à se charger de vapeur d'eau et on porte la température de la composition 3 liquide d'extraction à une valeur comprise entre 20°C et 95°C. On recycle ainsi la composition 3 liquide d'extraction

5

10

15

20

25

30

et on forme de la vapeur d'eau susceptible d'être capturée par barbotage dans une composition 43 de condensation. Il est aussi possible d'éliminer cette vapeur d'eau dans tout dispositif connu en soi pour le traitement de vapeur d'eau ou de substances toxiques tel qu'une hotte aspirante d'un laboratoire.

En particulier, dans une étape 42 de recyclage de la composition 3 liquide d'extraction on utilise, à titre de composition 21 gazeuse sous pression, une composition 21 gazeuse sensiblement dépourvue de vapeur d'eau. Une telle composition 21 gazeuse sèche sous pression est adaptée pour concentrer une composition 3 liquide d'extraction formée d'une saumure permettant de recycler ladite saumure lors d'une étape 40 d'évaporation osmotique ultérieure.

Dans une quatrième variante d'un procédé d'évaporation osmotique représenté en figure 4, comprenant une étape 42 de recyclage d'une composition 3 liquide d'extraction et mis en œuvre dans un dispositif 1 d'évaporation osmotique représenté en figure 2, on place la vanne 24 d'admission dans ladite troisième position de façon à mettre l'entrée de ladite composition 21 gazeuse en communication de fluide avec la partie du circuit 6 d'alimentation comprenant le compartiment 31 d'alimentation du contacteur 2 membranaire. La composition 21 gazeuse sous pression introduite dans le circuit 6 d'alimentation circule dans la partie complémentaire du circuit 6 d'alimentation comprenant le contacteur 2 membranaire, et débouche à l'extérieur du dispositif 1 d'évaporation osmotique selon l'invention.

Dans une cinquième variante non représentée d'un procédé selon l'invention comprenant une étape 42 de recyclage, on déconnecte le raccord 18 d'entrée de composition d'alimentation de façon que ledit raccord 18 soit déconnecté et hermétiquement clos et on raccorde le raccord 20 avec un dispositif de mise sous vide partiel de la boucle 6 d'alimentation. En outre, on interpose entre le dispositif de mise sous vide partiel de la boucle 6 d'alimentation et le compartiment 31 d'alimentation, un dispositif adapté pour permettre la condensation de la vapeur d'eau extraite de la composition 3 d'extraction.

EXEMPLE 1 - Modules de fibres creuses poreuses

d'évaporation osmotique.

5

10

15

On réalise une opération d'évaporation osmotique à 40°C avec un dispositif selon l'invention comprenant un contacteur à membrane poreuse (Colonne A, Colonne B), dans lequel la solution d'alimentation et la solution d'extraction sont formées respectivement de 1,5 L d'eau pure et d'une solution de glycérol à 80% dans l'eau. La solution d'extraction et la solution d'alimentation circulent à contre-courant l'une de l'autre, chacune avec un débit de 100 L/h.

A titre d'exemple comparatif, on réalise, dans les mêmes conditions, une opération d'évaporation osmotique avec un contacteur à membrane dense non poreuse (Colonne C) de perméation de gaz. Une telle membrane perméable aux gaz et imperméable aux liquides n'est pas une membrane d'évaporation osmotique.

Les caractéristiques des contacteurs utilisés et les résultats obtenus sont donnés dans le tableau 1 ci-après.

	Colonne A	Colonne B	Colonne C	
Fabricant	Membrana	Vinafilter	MedArray	
Modèle	Liqui-Cell®		Perm [®] select	
	Extra-Flow 2.5x8		PDMSA 1,0	
Matériau			PDMS (Poly	
membranaire	Polypropylène	Polypropylène	Diméthyle	
			Siloxane)	
Diamètre des	30	100-300	non poreux	
pores, nm		100 300	non poreux	
Surface d'échange,	1,4	0,36	1,0	
m^2	1,1	0,50	1,0	
Flux d'eau	0,71	0,16	0,04	
évaporée, L.h ⁻¹ .m ⁻²	0,71	0,10	0,01	

Tableau 1

EXEMPLE 2 - Pression de Laplace de membranes poreuses.

Le tableau 2 ci-après donne les valeurs de la pression de Laplace (P) pour des membranes poreuses constituées de différents matériaux et pour une composition liquide d'extraction aqueuse.

	Pression de Laplace, hPa			
Diamètre des	PolyPropylène, PP	Poly Tétra Fluoro	PolyEther Ether	
pores, nm	rotyrtopytene, rr	Ethylène, PTFE	Cétone, PEEK	
30	30 100	36 500	8 500	
100	9 000	10 900	2 500	
200	4 500	5 500	1 300	

Tableau 2

5

10

15

EXEMPLE 3 - Influence de la nature du soluté de la composition liquide d'extraction sur le flux moyen de vapeur d'eau.

On réalise une opération d'évaporation osmotique avec un dispositif selon l'invention comprenant un contacteur membranaire Liqui-Cel[®] Extraflow 2,5x8'' dans lequel la solution d'alimentation et la solution d'extraction circulent à contre-courant. On évalue le flux moyen de la vapeur d'eau échangée, dit flux osmotique moyen, entre les deux faces principales du contacteur membranaire par pesée des bonbonnes contenant la solution d'alimentation et la solution d'extraction. Le débit de la solution d'extraction est compris entre 250 kg/h et 300 kg/h. Les résultats sont donnés dans le tableau 3 ci-après.

Soluté de la solution	Ø massisus du salutá	Flux moyen de vapeur		
d'extraction	% massique du soluté	d'eau (L/h)		
CaCl ₂	40	0,89		
Glycérol	70	0,84		
K ₂ HPO ₄	53	0,63		
NaOH	30	1,25		

Tableau 3

Le flux moyen de vapeur d'eau le plus élevé est obtenu avec la solution d'extraction comprenant 30% de soude (NaOH). Pour des raisons de sécurité d'utilisation de la solution d'extraction, la solution de chlorure de calcium,

donnant un flux moyen de 0,89 L/h reste préconisée.

5

10

15

20

EXEMPLE 4 - Evaluation du flux moyen de vapeur d'eau en L/h/m².

On réalise une opération d'évaporation osmotique à la température de 35°C avec un dispositif comprenant un contacteur membranaire Liqui-Cel[®] Extraflow 2,5x8'' tel que décrit dans l'exemple 1 (Colonne A) et dans lequel la solution d'alimentation et la solution d'extraction sont formées respectivement d'eau pure et d'une solution d'hydroxyde de sodium en proportion massique de 30% dans l'eau. Le débit des solutions d'alimentation et d'extraction est de 100 L/h. Le volume initial de la solution d'alimentation est de 2 L et le volume initial de la solution d'extraction est de 5 L. Le flux moyen de vapeur d'eau mesuré est de 0,81 L/h/m².

EXEMPLE 5 - Influence de la concentration en CaCl₂ de la solution d'extraction sur le flux d'eau moyen.

On évalue le flux osmotique moyen obtenu dans une expérience d'évaporation osmotique telle que décrite à l'exemple 2. Le soluté de la solution d'extraction est le chlorure de calcium (CaCl₂) dont la concentration massique varie entre 10% et 40%. On mesure en outre le débit de la solution d'extraction dans le compartiment d'extraction (calandre) du contacteur membranaire. Les résultats sont donnés dans le tableau 4 ci-après.

proportion massique de CaCl ₂ , %	Débit de la solution d'extraction (kg/h)	Flux d'eau moyen (L/h)
10	300	0,14
23	235	0,29
33	200	0,61
40	270	0,89

Tableau 4

On obtient une valeur de flux maximale avec une solution d'extraction contenant une proportion massique de $CaCl_2$ de 40%.

EXEMPLE 6 - Influence du débit de la solution d'extraction sur le flux initial de vapeur d'eau : contacteur Liqui-Cel[®] Extraflow 2,5x8''.

On mesure le flux de vapeur d'eau initial créé à 25°C dans un contacteur membranaire Liqui-Cel[®] Extraflow 2,5x8'', présentant une surface d'échange de 1,4 m², entre 2 L d'une solution d'alimentation formée d'eau pure et 8 L d'une solution d'extraction aqueuse de CaCl₂ à 40% (poids/poids) en fonction du débit de la solution d'extraction pour un débit constant de la solution d'alimentation (110 L/h). La valeur mesurée du flux de vapeur d'eau initial, donnée dans le tableau 5 ci-après, c'est-à-dire le flux de vapeur d'eau mesuré après 5 min d'évaporation, reste de l'ordre de 0,80 L/h pour un débit de la solution d'extraction compris entre 10 L/h et 200 L/h. Pour réduire le coût énergétique de l'évaporation osmotique, le débit de la solution d'extraction adapté pour procurer un flux de vapeur d'eau optimal est fixé à une valeur de l'ordre de 50 L/h.

Débit solution extraction, L/h	Flux de vapeur d'eau initial (L/h)
10	0,74
25	0,76
50	0,76
100	0,80
200	0,80

Tableau 5

5

10

15

20

EXEMPLE 7 - Influence de la température de la composition d'extraction sur le flux de vapeur d'eau initial : contacteur Liqui-Cel[®] Extraflow 2,5x8''.

On mesure le flux de vapeur d'eau initial généré à 15°C, 25°C, 35°C, 45°C, 55°C et 65°C dans un contacteur membranaire Liqui-Cel[®] Extraflow 2,5x8'', entre 2 L d'une solution d'alimentation formée d'eau pure et 8 L d'une solution d'extraction de CaCl₂ à 41% (poids/poids) dans l'eau pour un débit constant de la solution d'alimentation (110 L/h). Le débit de la solution d'extraction est de 50 L/h. La valeur mesurée du flux de vapeur d'eau initial est donnée dans le tableau 6 ci-après ainsi que le temps nécessaire pour ramener le volume de la

1 4	1	, 1.		1	$^{\circ}$	•	$\Delta \Omega \Omega$	T
solution	α	ʻalimen	tation.	de	7	า	- 2010	mı
SOLUTOR	u	ammon	шион	uc	4 -	a	400	1111

Température						
solution	15	25	35	45	55	65
extraction, °C						
Flux vapeur	0,74	0,95	1,33	2,10	2,47	3,52
d'eau initial, L/h	0,74	0,93	1,33	2,10	<u> </u>	3,32
Durée, min	271	152	91	62	44	31

Tableau 6

5

10

15

EXEMPLE 8 - Influence de la température de la composition d'extraction sur le flux de vapeur d'eau initial : contacteur Entegris pHasor[®] II.

On mesure le flux de vapeur d'eau initial généré à 25°C et 45°C dans un contacteur membranaire Entegris pHasor[®] II, entre 2 L d'une solution d'alimentation formée d'eau pure et 8 L d'une solution d'extraction aqueuse de CaCl₂ à 41% (poids/poids) pour un débit constant de la solution d'alimentation (110 L/h). Le débit de la solution d'extraction est de 33,2 L/h. La valeur mesurée du flux de vapeur d'eau initial est donnée dans le tableau 7 ci-après ainsi que le temps nécessaire pour ramener le volume de la solution d'alimentation de 2 L à 200 mL.

Température solution extraction, °C	25	40
Flux vapeur d'eau initial, L/h	0,74	0,88
Durée, min	210	137

Tableau 7

EXEMPLE 9 - Concentration d'une solution aqueuse d'ammoniaque.

On réalise une opération de transfert par évaporation osmotique entre une solution d'alimentation formée d'une solution aqueuse d'ammoniaque à 7800 ppm dont le pH a été ramené à 2 par addition de HCl et une solution d'extraction formée d'une solution de chlorure de calcium (CaCl₂) en proportion massique de 40% dans l'eau. On réalise cette opération de transfert à la

WO 2010/112776 35 PCT/FR2010/050618

température de 25°C avec un dispositif comprenant un contacteur membranaire Liqui-Cel[®] Extraflow 2,5x8'' tel que décrit dans l'exemple 1. Le débit de chacune des solutions d'alimentation et d'extraction est de 100 L/h. Le volume initial de la solution aqueuse d'ammoniaque est de 2 L et le volume initial de la solution de chlorure de calcium est de 5 L. Le volume de la solution aqueuse d'ammoniaque est ramené de 2 L à 400 mL. Le flux moyen de vapeur d'eau mesuré est de 0,82 L/h/m² pour une durée de transfert de 117 min et de 0,70 L/h/m² pour une durée de transfert de 137 min.

5

10

15

20

25

30

EXEMPLE 10 - Extraction de l'ammoniac d'une solution aqueuse.

On réalise une opération de transfert par évaporation osmotique entre une solution d'alimentation formée d'une solution aqueuse d'ammoniac à 40 000 ppm (pH 11) et une solution d'extraction formée d'une solution d'acide sulfurique (H₂SO₄) à une concentration de 0,2 M dans l'eau. On réalise cette opération de transfert à la température de 40°C avec un dispositif comprenant un contacteur membranaire Liqui-Cel[®] Extraflow 2,5x8'' tel que décrit dans l'exemple 1. Le débit de chacune des solutions d'alimentation et d'extraction est de 100 L/h. Le volume initial de la solution aqueuse d'ammoniac est de 400 mL et le volume initial de la solution d'acide sulfurique est de 5 L. Le flux moyen d'ammoniac mesuré est de 94 g/h pour une durée de transfert de 10 min. La concentration finale en ammoniac dans la solution d'alimentation est de 10 ppm.

EXEMPLE 11 - Extraction de l'éthanol d'une solution hydroalcoolique.

On réalise une opération de transfert par évaporation osmotique entre une solution d'alimentation formée d'une solution hydro-alcoolique à 15% (proportion volumique de 15% d'éthanol dans l'eau) et une solution d'extraction formée d'eau pure. On réalise cette opération de transfert à la température de 25°C avec un dispositif comprenant un contacteur membranaire Liqui-Cel[®] Extraflow 2,5x8" tel que décrit dans l'exemple 1. Le débit de chacune des solutions d'alimentation et d'extraction est de 100 L/h. Le volume initial de la

5

10

15

20

25

solution hydro-alcoolique est de 2 L et le volume initial de la solution d'extraction est de 5 L. Après 1 heure de transfert osmotique, la concentration en éthanol dans la solution d'alimentation est de 5% et la concentration en éthanol dans la solution d'extraction est de 5%.

EXEMPLE 12 - Purge de la solution d'alimentation.

On introduit, dans les conditions expérimentales présentées à l'exemple 2, 930 g d'eau liquide dans le réservoir d'alimentation d'un dispositif selon l'invention et on établit une circulation de ladite eau dans le circuit d'alimentation. On arrête la circulation d'eau dans la boucle d'alimentation et on maintient une surpression dans la boucle d'extraction de l'ordre de 300 hPa (0,3 bar). On introduit dans la boucle d'alimentation une composition gazeuse en surpression (500 hPa, 0,5 bar) par rapport à la pression atmosphérique adaptée pour déplacer l'eau de la boucle d'alimentation vers le réservoir. On pèse la quantité d'eau collectée (923 g ± 3 g). La perte d'eau moyenne est de 8 g soit moins de 1% de l'eau initiale. La perte d'eau lors de la purge de la boucle d'alimentation représente environ 4% du volume de la boucle d'alimentation.

EXEMPLE 13 - Recyclage de la saumure d'extraction.

Comme présenté dans l'exemple 7, 1,8 L d'eau ont été évaporés et transférés dans la solution d'extraction au moyen d'un contacteur Liqui-Cel[®] Extraflow 2,5x8''. Après la purge de la boucle d'alimentation telle que décrite à l'exemple 12, on introduit dans le circuit d'alimentation de l'air atmosphérique sec à température ambiante, la température de la solution d'extraction étant maintenue à 50°C. Le débit de l'air sec dans le circuit d'alimentation est de l'ordre de 1,8 m³/h et la surpression de l'air sec dans le contacteur membranaire par rapport à la pression atmosphérique, est de l'ordre de 400 hPa (0,4 bar). La durée de recyclage nécessaire pour diminuer de 1,8 L le volume de la solution d'extraction est de l'ordre de 10,5 h.

EXEMPLE 14 - Recyclage de la saumure d'extraction.

On réalise un recyclage de 9,8 L d'une solution de CaCl₂ à 32% (poids/poids) dans l'eau maintenue à la température de 65°C en faisant circuler

cette solution à un débit de 100 L/h dans la boucle d'extraction d'un dispositif de transfert osmotique comprenant un contacteur Liqui-Cel[®] Extraflow 2,5x8''. On introduit dans le circuit d'alimentation de l'air atmosphérique à température ambiante avec un débit de 800 L/h. On oriente le flux d'air chargé d'humidité en sortie du contacteur membranaire vers un condenseur adapté pour permettre la condensation de la vapeur d'eau et sa récupération. La durée de recyclage nécessaire pour diminuer de 1,8 L le volume de la solution d'extraction est de

l'ordre de 22,5 h. Le flux de vapeur d'eau moyen calculé pour cette évaporation est

37

PCT/FR2010/050618

10

5

WO 2010/112776

de 0.06 L/h/m^2 .

REVENDICATIONS

1/ Procédé d'évaporation osmotique dans lequel :

on choisit une membrane (30) poreuse adaptée pour
 permettre un transfert par osmose d'au moins un composé à l'état gazeux entre une première face principale et une deuxième face principale de cette membrane (30) poreuse,

- on réalise au moins une étape (40) de transfert osmotique dans laquelle :

10

15

20

25

30

on fait circuler une composition (5) liquide d'alimentation dans un premier circuit, dit circuit (6) d'alimentation, au contact de ladite première face principale de la membrane (30) poreuse, ledit circuit (6) d'alimentation comprenant un réservoir (19) d'alimentation de composition (5) liquide d'alimentation;

on fait circuler une composition (3) liquide d'extraction dans un deuxième circuit, dit circuit (4) d'extraction, au contact de ladite deuxième face principale de la membrane (30) poreuse, ladite composition (3) liquide d'extraction exerçant une pression, dite pression d'extraction, sur ladite deuxième face principale d'une valeur inférieure à la pression de Laplace de ladite membrane (30) poreuse et de ladite composition (3) liquide d'extraction,

caractérisé en ce qu'après ladite étape (40) de transfert osmotique, on réalise une étape (41) de purge du circuit (6) d'alimentation dans laquelle on met au moins une entrée (13) de fluide du circuit (6) d'alimentation en communication avec une source de composition (21) gazeuse sous pression, non miscible avec la composition (5) liquide d'alimentation, et adaptée pour exercer une pression, dite pression gazeuse, dans ledit circuit (6) d'alimentation d'une valeur supérieure à la valeur de la pression atmosphérique et de façon à déplacer la composition (5) liquide d'alimentation du circuit (6) d'alimentation dans le réservoir (19) d'alimentation.

2/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce

qu'on choisit la composition (21) gazeuse dans le groupe formé de l'air atmosphérique, de l'azote, des gaz rares ou inertes -notamment l'argon et l'hélium, et de l'un de leurs mélanges.

3/ Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on choisit la membrane (30) poreuse dans le groupe formé des fibres creuses hydrophobes poreuses.

5

10

15

20

25

30

- 4/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'on fait circuler la composition (5) liquide d'alimentation et la composition (3) liquide d'extraction à contrecourant au contact respectivement des première et deuxième faces de la membrane (30) poreuse.
- 5/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'on purge séquentiellement une première portion du circuit (6) d'alimentation dans le réservoir (19) d'alimentation, puis on purge une deuxième portion complémentaire du circuit (6) d'alimentation dans le réservoir (19) d'alimentation.
- 6/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que, après l'étape (40) de transfert osmotique, à l'issue de laquelle on forme une solution (51) liquide d'alimentation concentrée et une composition (3) liquide d'extraction diluée, on réalise une étape (42) de recyclage de la composition (3) liquide d'extraction diluée, dans laquelle :
 - on maintient la composition (3) liquide d'extraction diluée à une température prédéterminée,
 - o no maintient la circulation de la composition (3) liquide d'extraction diluée dans le circuit (4) d'extraction, de façon que la pression d'extraction soit inférieure à la pression de Laplace de ladite membrane (30) poreuse,
 - o on met l'entrée (13) de fluide du circuit (6) d'alimentation en communication avec la source de composition (21) gazeuse, ladite composition (21) gazeuse étant apte à se charger d'un composé de la composition (3) liquide d'extraction à l'état gazeux.

7/ Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que la température prédéterminée est comprise entre 20°C et 95°C, en particulier de 1'ordre de 70°C.

8/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que, lors de l'étape (40) de transfert osmotique, on maintient la température de la composition (3) liquide d'extraction à une valeur comprise entre 5°C et 95°C.

5

10

15

20

25

30

liquide (5) d'alimentation.

9/ Dispositif (1) d'extraction osmotique pour la mise en œuvre d'un procédé selon l'une des revendications 1 à 8, comprenant :

- une membrane (30) poreuse apte à permettre un transfert par osmose d'au moins un composé à l'état gazeux entre une première face principale et une deuxième face principale de cette membrane (30) poreuse,

un premier circuit, dit circuit (6) d'alimentation, adapté
 pour assurer une circulation d'une composition (5) liquide d'alimentation au contact
 de ladite première face de la membrane (30) poreuse,

- un deuxième circuit, dit circuit (4) d'extraction, adapté pour assurer une circulation d'une composition (3) liquide d'extraction au contact de ladite deuxième face de la membrane (30) poreuse, caractérisé en ce que le circuit (6) d'alimentation comprend au moins une entrée (13) d'une composition (21) gazeuse sous pression distincte de la composition

10/ Dispositif selon la revendication 9, caractérisé en ce que ladite entrée (13) de composition (21) gazeuse sous pression comprend un dispositif (12) d'admission sélective de la composition (21) gazeuse dans le circuit (6) d'alimentation, présentant au moins deux positions, adapté pour que :

- o dans une première position du dispositif (12) d'admission sélective de la composition (21) gazeuse, dite position close, la composition (21) gazeuse sous pression n'est pas introduite dans le circuit (6) d'alimentation, et,
- o dans une deuxième position du dispositif (12) d'admission de la composition (21) gazeuse, dite position ouverte, la composition (21)

gazeuse sous pression est introduite dans le circuit (6) d'alimentation.

11/ Dispositif selon l'une des revendications 9 et 10, caractérisé en ce que ladite entrée (13) de composition (21) gazeuse sous pression comprend une vanne trois voies d'admission, dite vanne (24) d'admission, de la composition (21) gazeuse sous pression dans le circuit (6) d'alimentation, adaptée pour que :

5

10

15

20

25

30

dans un premier état de la vanne (24) d'admission, la composition (21) gazeuse sous pression est introduite dans une partie du circuit (6) d'alimentation, et ne s'écoule pas dans la partie complémentaire de ladite première portion du circuit (6) d'alimentation,

dans un deuxième état de la vanne (24) d'admission, la composition (21) gazeuse sous pression s'écoule dans la partie complémentaire du circuit (6) d'alimentation et ne s'écoule pas dans la partie du circuit (6) d'alimentation comprenant la membrane (30) poreuse,

 dans un troisième état de la vanne (24) d'admission, la composition (21) gazeuse sous pression ne s'écoule pas dans le circuit (6) d'alimentation.

12/ Dispositif selon l'une des revendications 9 à 11, caractérisé en ce que le circuit (6) d'alimentation comprend au moins un dispositif d'arrêt de flux de la composition (5) liquide d'alimentation et/ou de la composition (21) gazeuse dans le circuit (6) d'alimentation.

13/ Dispositif selon la revendication 12, caractérisé en ce que le dispositif d'arrêt de flux de la composition (5) liquide d'alimentation dans le circuit (6) d'alimentation est formé d'un raccord démontable en deux parties, comprenant une partie amont et d'une partie aval complémentaire de ladite partie amont, ledit raccord démontable étant adapté pour que :

 dans un premier état dudit raccord démontable, dit état déconnecté, ladite partie amont et ladite partie aval du raccord démontable sont dissociées et sont hermétiques à la composition (5) liquide d'alimentation et à la composition (21) gazeuse, WO 2010/112776 42 PCT/FR2010/050618

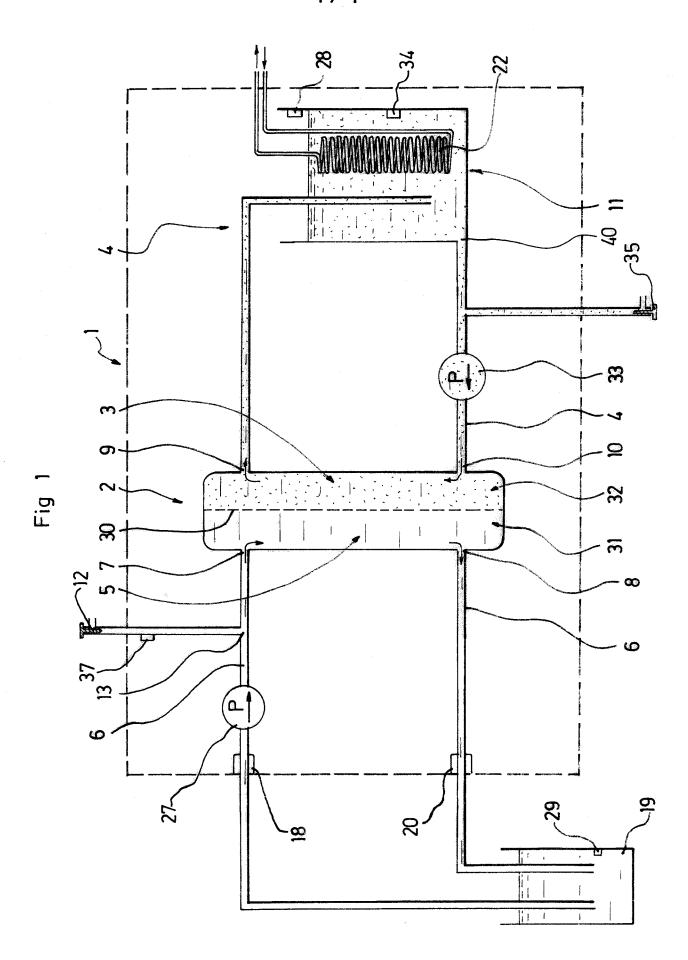
- dans un deuxième état dudit raccord démontable, dit état connecté, ladite partie amont et ladite partie aval du raccord démontable sont associées et forment une connexion étanche à la composition (5) liquide d'alimentation et à la composition (21) gazeuse qui s'écoulent à travers ledit raccord démontable dans le circuit (6) d'alimentation.

5

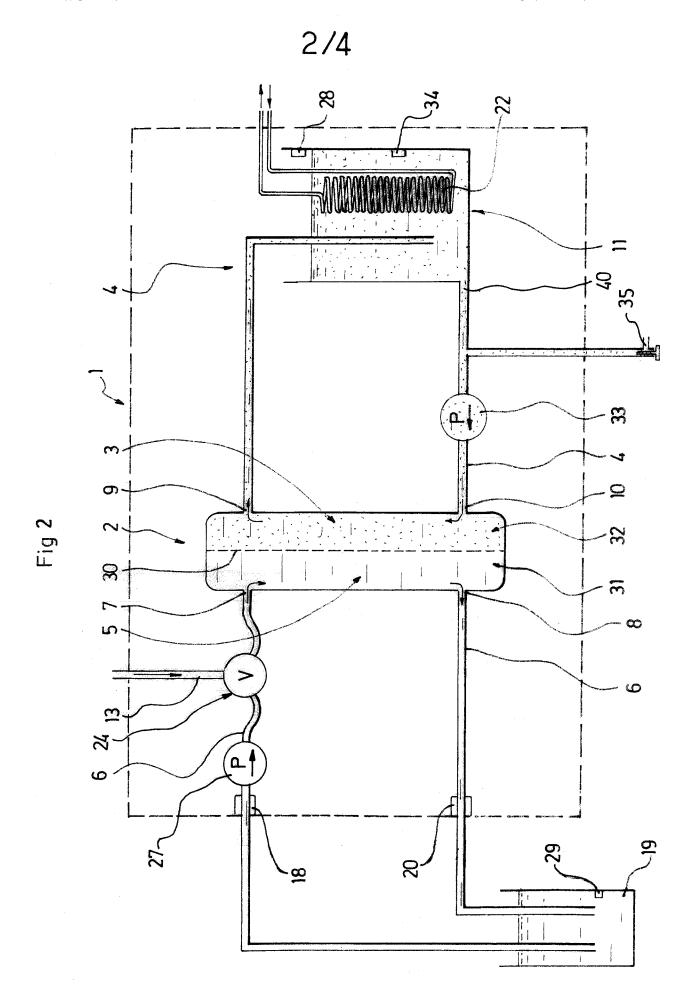
10

14/ Dispositif selon la revendication 13, caractérisé en ce que le dispositif (1) d'extraction osmotique comprend, à titre de raccord(s) démontable(s), un raccord (18) d'entrée de la composition (5) liquide d'alimentation dans le contacteur (2) membranaire et un raccord (20) de sortie de la composition (5) liquide d'alimentation du contacteur (2) membranaire choisi dans le groupe formé des coupleurs zéro-gouttes.

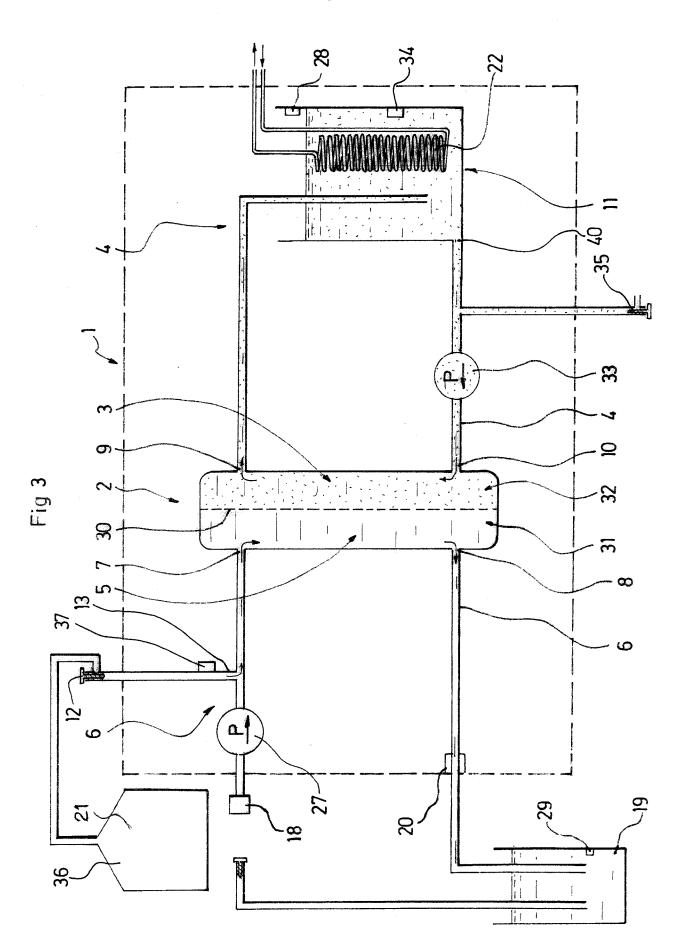
15/ Dispositif selon l'une des revendications 11 à 14, caractérisé en ce qu'au moins l'un du dispositif (12) d'admission sélective et de la vanne d'admission (24) est une électrovanne.



WO 2010/112776 PCT/FR2010/050618

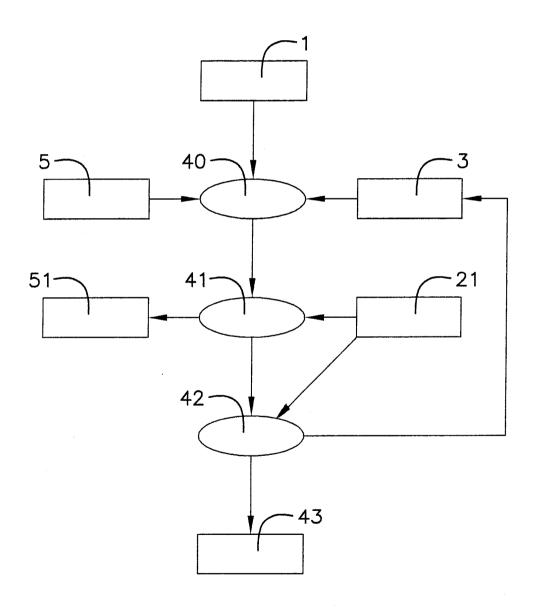






4/4

Fig 4



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No PCT/FR2010/050618

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. B01D61/36 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) B01F 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 practical, search terms used) EPO-Internal C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Category* Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages Relevant to claim No. X US 4 781 837 A (LEFEBVRE MICHEL S M [AU]) 1-5,8-151 November 1988 (1988-11-01) 6,7 * abstract Α column 1, line 49 - column 2, line 24 column 2, line 38 - column 3, line 7 column 10, lines 16-44 column 11, line 34 - column 12, line 2 claims 1-8 US 5 098 566 A (LEFEBVRE MICHEL S M [AU]) X 1,4,5,9 24 March 1992 (1992-03-24) * abstract column 3, lines 6-67 column 5, line 28 - column 6, line 9 claims 1.5-8 -/--X Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex. Special categories of cited documents: "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 "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance invention earlier document but published on or after the international *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to filing date "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) involve an inventive step when the document is taken alone "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 docudocument referring to an oral disclosure, use, exhibition or ments, such combination being obvious to a person skilled in the art. other means document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "&" document member of the same patent family Date of the actual completion of the international search Date of mailing of the international search report 22 July 2010 29/07/2010 Name and mailing address of the ISA/ Authorized officer European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Lançon, Eveline Fax: (+31-70) 340-3016

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2010/050618

ALCO DOCUMENTS CONSIDERED TO BE DELEVANT	PC1/FR2010/050018
	Relevant to claim No.
INTERNATIONA [FR]; DORNIER MANUEL [FR]; BELLEVILLE M) 27 November 2003 (2003-11-27)	1,4,5, 9-15
page 1, line 13 - page 3, line 13 claims 1-21	
WO 97/17128 A (RENTIERS MACHINERY PTY LTD [AU]; MICHAELS ALAN SHERMAN [US]; JOHNSON R) 15 May 1997 (1997-05-15) the whole document	1,2,4,5, 9-15
US 5 354 474 A (LAPACK MARK A [US] ET AL) 11 October 1994 (1994-10-11) * abstract figure 3 column 7, lines 3-20	1,2,5-7, 9-15
WO 2006/137808 A (UNIV NANYANG [SG]; FANE ANTHONY G [AU]; PHATTARANAWIK JIRACHOTE [SG];) 28 December 2006 (2006-12-28) * abstract paragraph [0055]	1,2,5-7, 9-15
WO 01/12304 A (COMPACT MEMBRANE SYSTEMS INC [US]) 22 February 2001 (2001-02-22) cited in the application the whole document	1-15
	BELLEVILLE M) 27 November 2003 (2003-11-27) * abstract page 1, line 13 - page 3, line 13 claims 1-21 W0 97/17128 A (RENTIERS MACHINERY PTY LTD [AU]; MICHAELS ALAN SHERMAN [US]; JOHNSON R) 15 May 1997 (1997-05-15) the whole document US 5 354 474 A (LAPACK MARK A [US] ET AL) 11 October 1994 (1994-10-11) * abstract figure 3 column 7, lines 3-20 W0 2006/137808 A (UNIV NANYANG [SG]; FANE ANTHONY G [AU]; PHATTARANAWIK JIRACHOTE [SG]; 28 December 2006 (2006-12-28) * abstract paragraph [0055] W0 01/12304 A (COMPACT MEMBRANE SYSTEMS INC [US]) 22 February 2001 (2001-02-22) cited in the application the whole document

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/FR2010/050618

							T
	tent document in search report		Publication date		Patent family member(s)		Publication date
US	4781837	Α	01-11-1988	AR	241451	A1	31-07-1992
				ΑT	75159	T	15-05-1992
				AU	587407	B2	17-08-1989
				AU	5092185	Α	18-06-1986
				WO	8603135	A1	05-06-1986
				BR	8507070		14-07-1987
				CA	1290257		08-10-1991
				CN	85109400		01-07-1987
				DK	346886		21-07-1986
				EP	0207951		14-01-1987
				ES	8702157		16-03-1987
				ES	8800063		01-01-1988
				FI	862987		18-07-1986
				GR	852788		21-03-1986
		*		IN	166753		14-07-1990
				JP	62501483		18-06-1987
					214298		
				NZ			27-10-1989
				PH	23792		03-11-1989
				PT	81537		01-12-1985
				ZA 	8508921 	A 	30-07-1986
US	5098566	Α	24-03-1992	WO	8706850	A1	19-11-1987
				BR	8707689		15-08-1989
				DE	3783910		11-03-1993
				DK	988		04-01-1988
				ΕP	0304426		01-03-1989
				JP	1503282		09-11-1989
 WO	03096826	Α	27-11-2003	AU	2003249408	A1	02-12-2003
				FR	2839656	A1	21-11-2003
WO	9717128	Α	15-05-1997	AU	710131		16-09-1999
				AU	7611196	Α	29-05-1997
				BR	9611363	Α	28-12-1999
				EP	0881938	A1	09-12-1998
				NZ	322373	Α	28-10-1999
				US	5824223	Α	20-10-1998
US	5354474	Α	11-10-1994	NONE			
WO	2006137808	Α.	28-12-2006	CN	101374591		25-02-2009
				EP	1909948		16-04-2008
				US 	2010072130	A1 	25-03-2010
WO	0112304	Α	22-02-2001	AU	781648		02-06-2005
		•		BR	0013361	Α	30-04-2002
WO	0112304	Α		CA	2379440		22-02-2001
				DE	60025256		31-08-2006
				EP	1229998		14-08-2002
				JP	2003507157		25-02-2003
				US	6299777		09-10-2001
				US	2001025819		04-10-2001

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n° PCT/FR2010/050618

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. $B01D61/36\,$

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) B01F 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

DOCUM	ENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication d	des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 4 781 837 A (LEFEBVRE MICHEL S 1 novembre 1988 (1988-11-01)	M [AU])	1-5,8-15
A	* abrégé colonne 1, ligne 49 - colonne 2, l colonne 2, ligne 38 - colonne 3, l colonne 10, ligne 16-44 colonne 11, ligne 34 - colonne 12, revendications 1-8	igne 7	6,7
X	US 5 098 566 A (LEFEBVRE MICHEL S 24 mars 1992 (1992-03-24) * abrégé colonne 3, ligne 6-67 colonne 5, ligne 28 - colonne 6, l revendications 1,5-8		1,4,5,9
		'	·
X Voir	la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents	Les documents de familles de br	evets sont indiqués en annexe
"A" docum	ent définissant l'état général de la technique, non déré comme particulièrement pertinent	document ultérieur publié après la dat date de priorité et n'appartenenant p technique pertinent, mais cité pour c ou la théorie constituant la base de l	as à l'état de la omprendre le principe
	ent pouvant jeter un doute sur une revendication de	(* document particulièrement pertinent; être considérée comme nouvelle ou inventive par rapport au document c document particulièrement pertinent;	comme impliquant une activité onsidéré isolément
"L" docum priorit autre	citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquee)	ne peut être considérée comme imp	liquant une activité inventive
"L" docum priorit autre "O" docum une e "P" docum	citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) ent se référant à une divulgation orale, à un usage, à xposition ou tous autres moyens ent publié avant la date de dépôt international, mais	ne peut être considérée comme imp lorsque le document est associé à u documents de même nature, cette c pour une personne du métier document qui fait partie de la même f	liquant une activité inventive n ou plusieurs autres ombinaison étant évidente
"L" docum priorit autre "O" docum une e "P" docum posté	citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) ent se référant à une divulgation orale, à un usage, à xposition ou tous autres moyens ent publié avant la date de dépôt international, mais	ne peut être considérée comme imp lorsque le document est associé à u documents de même nature, cette c pour une personne du métier	liquant une activité inventive n ou plusieurs autres ombinaison étant évidente amille de brevets
"L" docum priorit autre "O" docum une e "P" docum posté	citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) ent se référant à une divulgation orale, à un usage, à xposition ou tous autres moyens ent publié avant la date de dépôt international, mais rieurement à la date de priorité revendiquée	ne peut être considérée comme imp lorsque le document est associé à u documents de même nature, cette c pour une personne du métier document qui fait partie de la même f	liquant une activité inventive n ou plusieurs autres ombinaison étant évidente amille de brevets
"L" docum priorit autre "O" docum une e "P" docum posté	citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) ent se référant à une divulgation orale, à un usage, à xposition ou tous autres moyens ent publié avant la date de dépôt international, mais rieurement à la date de priorité revendiquée *8 telle la recherche internationale a été effectivement achevée	ne peut être considérée comme imp lorsque le document est associé à u documents de même nature, cette c pour une personne du métier 3° document qui fait partie de la même f Date d'expédition du présent rapport	liquant une activité inventive n ou plusieurs autres ombinaison étant évidente amille de brevets

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°
PCT/FR2010/050618

C/autha\	POOLUMENTO CONCIDENES COMME DEDTINENTS	PC1/FRZ010/050018
Catégorie*	OCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages ;	pertinents no. des revendications visées
X	WO 03/096826 A (CT DE COOPERATION INTERNATIONA [FR]; DORNIER MANUEL [FR]; BELLEVILLE M) 27 novembre 2003 (2003-11-27) * abrégé	1,4,5, 9-15
	page 1, ligne 13 - page 3, ligne 13 revendications 1-21	
X	WO 97/17128 A (RENTIERS MACHINERY PTY LTD [AU]; MICHAELS ALAN SHERMAN [US]; JOHNSON R) 15 mai 1997 (1997-05-15) le document en entier	1,2,4,5, 9-15
A	US 5 354 474 A (LAPACK MARK A [US] ET AL) 11 octobre 1994 (1994-10-11) * abrégé figure 3 colonne 7, ligne 3-20	1,2,5-7, 9-15
A	WO 2006/137808 A (UNIV NANYANG [SG]; FANE ANTHONY G [AU]; PHATTARANAWIK JIRACHOTE [SG];) 28 décembre 2006 (2006-12-28) * abrégé alinéa [0055]	1,2,5-7, 9-15
A	WO 01/12304 A (COMPACT MEMBRANE SYSTEMS INC [US]) 22 février 2001 (2001-02-22) cité dans la demande le document en entier	1-15

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande Internationale n°
PCT/FR2010/050618

				<u> </u>	01/11KL	010/030010
Document brevet cité u rapport de recherche		Date de publication		Membre(s) de la famille de brevet(s))	Date de publication
US 4781837	A	01-11-1988	AR	241451	A1	31-07-1992
			AT	75159		15-05-1992
			AU	587407		17-08-1989
			AU	5092185		18-06-1986
			WO			
				8603135		05-06-1986
			BR	8507070		14-07-1987
			CA	1290257		08-10-1991
			CN	85109400	Α	01-07-1987
			DK	346886	Α	21-07-1986
			EP	0207951	A1	14-01-1987
			ES	8702157		16-03-1987
			ËŠ	8800063		01-01-1988
			FI	862987		18-07-1986
			GR	852788		21-03-1986
			IN	166753		14-07-1990
			JP	62501483		18-06-1987
			NZ	214298		27-10-1989
			PH	23792	Α	03-11-1989
	·		PT	81537	Α	01-12-1985
			ZA	8508921		30-07-1986
US 5098566	 А	24-03-1992	 WO	8706850	 Λ1	 19-11-1987
03 3096300	A	24-03-1992				
			BR	8707689		15-08-1989
			DE	3783910		11-03-1993
			DK	988		04-01-1988
			EP	0304426	A1	01-03-1989
			JP	1503282	T	09-11-1989
W0 03096826	Α	27-11-2003	AU	2003249408	A1	02-12-2003
		_,	FR	2839656		21-11-2003
UO 0717120		15 05 1007		710121		16 00 1000
WO 9717128	Α	15-05-1997	AU	710131		16-09-1999
			AU	7611196		29-05-1997
			BR.	9611363		28-12-1999
			EP	0881938		09-12-1998
			NZ	322373		28-10-1999
			US	5824223	Α	20-10-1998
US 5354474	Α -	11-10-1994	AUCI	JN		
WO 2006137808	 А	28-12-2006	CN	101374591	Α	25-02-2009
11	-	· ·	ĒΡ	1909948		16-04-2008
			ŪS	2010072130		25-03-2010
WO 0112304	A	22-02-2001	AU	781648	R2	02-06-2005
MO OTICONA	М	77-07-5001	BR	0013361		30-04-2002
			DΙ	0013301	П	30 04-2002
WO 0112304	Α		CA	2379440		22-02-2001
			DE .	60025256		31-08-2006
			ΕP	1229998		14-08-2002
			JP	2003507157	T	25-02-2003
			US	6299777		09-10-2001
			US	2001025819		04-10-2001