



CONFÉDÉRATION SUISSE

OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

⑪ CH 662 956 A5

⑤① Int. Cl.4: B 01 D 25/06  
B 01 D 27/02**Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein**

Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

## ⑫ FASCICULE DU BREVET A5

⑮ Numéro de la demande: 28/85

⑳ Date de dépôt: 04.01.1985

③① Priorité(s): 06.01.1984 US 568824

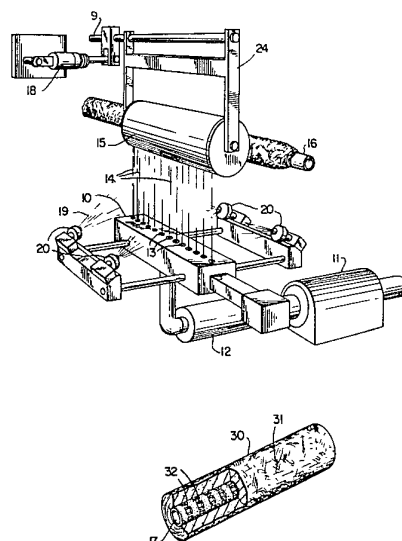
㉔ Brevet délivré le: 13.11.1987

④⑤ Fascicule du brevet  
publié le: 13.11.1987⑦③ Titulaire(s):  
Pall Corporation, Glen Cove/NY (US)⑦② Inventeur(s):  
Pall, David Boris, Roslyn Estates/NY (US)  
Harwood, Colin Frederick, Glen Cove/NY (US)  
Bradley, Arthur, Floral Park/NY (US)  
Brennan, Timothy Runyon, Old Westbury/NY (US)⑦④ Mandataire:  
Scheidegger, Zwicky & Co., Zürich

## ⑤④ Structure cylindrique fibreuse, procédé et machine pour sa fabrication et utilisation de la structure.

⑤⑦ La structure fibreuse cylindrique comprend, sur une âme (17) ayant des ouvertures (32), une masse fibreuse (31) de microfibres de synthèse non tissées, dépourvues de liaisons mutuelles et fixées les unes aux autres par imbrication mécanique, la masse fibreuse (31) ayant une porosité constante sur une partie au moins de son diamètre. La structure s'apprête particulièrement à la fabrication de filtres destinés à retirer les bactéries des fluides aqueux.

La machine comprend un mandrin (16) rotatif, sur lequel des âmes (17) sont montés, coopérant avec un rouleau rotatif de mise en forme (15). Les microfibres se forment lorsqu'une résine est extrudée de buses (13) d'une filière (10) et elles sont transportées vers le rouleau (15) par des jets de gaz chaud. Lorsque le mandrin (16) tourne et se déplace en translation, le diamètre de la masse cylindrique de fibres collectées sur les âmes (17) augmente.



## REVENDEICATIONS

1. Structure cylindrique fibreuse, caractérisée par une masse fibreuse (31) de microfibrilles polymères de synthèse non tissées, les microfibrilles étant pratiquement dépourvues de liaisons mutuelles et étant fixées les unes aux autres par imbrication ou entremêlement mécanique, la masse fibreuse (31) ayant une porosité sensiblement constante sur une partie au moins de son diamètre.

2. Structure selon la revendication 1, caractérisée en ce que la masse fibreuse a une structure comprenant des fibres de diamètres variant progressivement dans une partie au moins de la masse, en direction radiale.

3. Structure selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que la masse fibreuse (31) a une porosité comprise entre 64 et 93%, et les microfibrilles ont des diamètres compris entre 1,5 et 20 microns.

4. Structure selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que les microfibrilles polymères de synthèse non tissées sont formées d'une matière thermoplastique choisie dans le groupe qui comprend les polyoléfinés, les polyamides et les polyester.

5. Structure selon la revendication 1, caractérisée en ce que les microfibrilles polymères sont formées de polypropylène, et la masse fibreuse a une porosité comprise entre 75 et 85%, les microfibrilles ayant des diamètres compris entre 1,9 et 12,6 microns.

6. Structure selon la revendication 2, caractérisée en ce que la structure cylindrique fibreuse a un rendement d'extraction de *Pseudomonas diminuta* au moins égal à 75%.

7. Structure selon la revendication 2, caractérisée en ce que la structure cylindrique fibreuse a un rendement d'extraction de *Pseudomonas diminuta* au moins égal à 99,9%.

8. Structure selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisée par un support central rigide (17) à structure ouverte, disposé à l'intérieur de la masse fibreuse (31) de microfibrilles polymères de synthèse non tissées.

9. Procédé de fabrication d'une structure cylindrique fibreuse selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'il comprend:

(a) l'extrusion d'un matériau polymère de synthèse à l'aide d'une filière de filage et l'atténuation du matériau polymère extrudé sous forme de microfibrilles polymères de synthèse, par application d'un ou plusieurs courants gazeux dirigés vers un mandrin rotatif et un rouleau rotatif de mise en forme, coopérant avec le mandrin,

(b) le refroidissement des microfibrilles polymères de synthèse avant leur collecte sur le mandrin, à une température inférieure à celle à laquelle les microfibrilles se lient les unes aux autres par fusion, si bien que les liaisons mutuelles entre fibres sont pratiquement éliminées, et

(c) la collecte des microfibrilles refroidies sur le mandrin sous la forme d'une masse fibreuse non tissée de synthèse avec application d'une force à la surface externe des microfibrilles collectées par le rouleau de mise en forme, les différents paramètres du procédé étant réglés afin que la structure cylindrique fibreuse soit formée avec une masse fibreuse ayant une porosité sensiblement constante sur une partie importante au moins de son diamètre.

10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que la plus grande partie au moins des microfibrilles polymères de synthèse est au contact du rouleau de mise en forme avant collecte sur le mandrin rotatif.

11. Procédé selon l'une des revendications 9 et 10, caractérisé en ce que la porosité sensiblement constante est obtenue par modification d'au moins un paramètre choisi parmi (1) le débit de matière polymère transmise à la filière de filage, (2) le débit de gaz du courant ou des courants de gaz, (3) la force appliquée à la surface externe des microfibrilles collectées par le rouleau de mise en forme, et (4) la quantité et la nature du refroidissement des microfibrilles.

12. Procédé selon l'une des revendications 9 à 11, caractérisé en ce que les paramètres du procédé sont réglés afin que la structure cylindrique fibreuse soit formée avec une masse fibreuse ayant une

structure dont le diamètre des fibres varie sur une partie au moins du diamètre de la masse, en direction radiale.

13. Procédé selon l'une des revendications 9 à 12, caractérisé en ce que les microfibrilles polymères sont thermoplastiques, et la masse fibreuse a une porosité comprise entre 64 et 93%, les microfibrilles ayant des diamètres compris entre 1,5 et 20 microns.

14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce que la matière thermoplastique est le polypropylène, la porosité est comprise entre 75 et 85%, et les microfibrilles ont des diamètres compris entre 1,9 et 12,6 microns.

15. Procédé selon l'une des revendications 9, 13 et 14, caractérisé en ce qu'une partie au moins des microfibrilles est au contact d'un organe collecteur auxiliaire coopérant avec le rouleau de mise en forme, avant collecte sur le mandrin rotatif.

16. Machine pour la mise en œuvre du procédé selon l'une des revendications 9 à 15, comprenant un mandrin rotatif (16), un rouleau rotatif (15) de mise en forme coopérant avec le mandrin (16), une filière (10) et un dispositif (11) destiné à transmettre un matériau polymère à la filière (19), caractérisée par un dispositif collecteur auxiliaire (22) coopérant avec le rouleau de mise en forme (15) et le mandrin rotatif (16), si bien qu'une partie au moins des fibres quittant le rouleau de mise en forme (15) ou le mandrin rotatif (16) est collectée sur le dispositif collecteur (22), puis est transférée vers le rouleau de mise en forme (15) puis vers le mandrin rotatif et alternatif (16).

17. Utilisation d'une structure fibreuse selon l'une des revendications 1 à 8 pour la filtration.

La présente invention concerne des structures fibreuses cylindriques et plus précisément de telles structures comprenant des microfibrilles polymères de synthèse non tissées, particulièrement utiles comme filtres en profondeur destinés à diverses applications de clarification de fluides, ainsi qu'un procédé et une machine pour la fabrication de telles structures.

On connaît depuis longtemps des structures non tissées formées à partir de divers matériaux, notamment de fibres naturelles et synthétiques, à la fois sous forme continue et coupée, et on les utilise dans les opérations de filtration en profondeur. De tels filtres ont en général toute une gamme de diamètres de pores. Lorsque la matière de filtration est fine, des particules relativement grosses du fluide en cours de filtration passent dans les zones ayant les pores les plus gros. Lorsque l'effluent traversant la matière de filtration passe alors dans une seconde couche égale, certaines des particules plus grosses restant dans le fluide sont retirées lorsqu'elles rencontrent des zones à pores plus fins. De même, l'utilisation d'une troisième couche de filtration égale retire une quantité supplémentaire de grosses particules, augmentant ainsi le rendement de filtration. L'utilisation d'une couche épaisse d'une matière de filtration a le même effet que l'utilisation de plusieurs couches d'épaisseur totale égale. Le rendement accru ainsi obtenu est l'une des motivations de l'utilisation d'une telle filtration en profondeur.

Un filtre pour filtration en profondeur, pour être utile dans une application donnée, doit assurer le rendement nécessaire, c'est-à-dire un niveau acceptable d'extraction de particules d'une dimension spécifiée, présentes dans un fluide en cours de filtration. Une autre mesure importante des performances d'un filtre est sa durée avant bouchage dans un type donné d'utilisation, c'est-à-dire le temps au bout duquel la pression de part et d'autre du filtre a soit atteint une valeur pour laquelle il faut une puissance indésirable ou inacceptable pour que le débit convenable soit entrete nu, soit atteint un niveau pour lequel le risque d'affaissement du filtre, avec perte correspondante d'intégrité et de contamination de l'effluent, est trop élevé.

On a longtemps réalisé des filtres de manière que leur densité soit plus faible dans les parties amont, avec formation de pores relative-

ment gros en amont et plus petits en aval, afin de prolonger leur durée. Etant donné cette densité variant progressivement, le fluide contaminé parvient à des pores de plus en plus petits, et la matière particulaire retirée du fluide introduit pénètre à des profondeurs différentes en fonction de sa dimension, permettant ainsi à l'élément de filtration de loger une plus grande quantité de matières solides (plus grande capacité d'encrassement) sans que le débit soit affecté et en conséquence avec une plus longue durée efficace d'utilisation d'un filtre pour filtration en profondeur. En d'autres termes, plus les pores placés en amont et relativement gros retirent des particules grosses qui boucheraient les pores plus fins placés en aval, et plus la durée du filtre est prolongée, en théorie.

La densité de la matière de filtration est cependant en elle-même un paramètre important du comportement de la matière en cours d'utilisation. La densité optimale d'une matière de filtration est déterminée par deux facteurs:

(1) Le volume des cavités, exprimé en pourcentage du filtre pour filtration en profondeur, doit être aussi élevé que possible afin que la capacité de fixation de saleté soit élevée. Les raisons de cette condition peuvent être observées par comparaison d'un crible à graviers formé à l'aide d'un fil tissé, à une plaque métallique de même dimension que le crible mais n'ayant qu'un seul trou. La plaque métallique est bouchée par une seule particule surdimensionnée, alors que le crible, nécessitant un beaucoup plus grand nombre de particules pour se boucher, a une plus longue durée d'utilisation.

(2) Dans un filtre fibreux pour filtration en profondeur, il existe une limite supérieure au-delà de laquelle une augmentation du volume des cavités devient indésirable. Lorsque le volume des cavités augmente, le filtre fibreux pour filtration en profondeur risque d'être comprimé par la perte de charge du fluide qui y circule; cela est particulièrement gênant lorsque le fluide est visqueux, car, lorsque le volume des cavités est trop élevé, la matière de filtration s'affaisse pour une pression différentielle très faible. Lorsqu'elle s'affaisse, les pores deviennent plus petits et la pression différentielle augmente, provoquant ainsi une compression encore plus importante. L'augmentation résultante rapide de perte de charge a tendance à réduire la durée au lieu de la prolonger, comme on pourrait le prévoir avec un filtre ayant un volume élevé de cavités. L'utilisation d'une très faible densité (volume élevé de cavités) peut aussi rendre très mou le filtre et il peut être ainsi facilement détérioré lors d'une manipulation normale.

Ainsi, il existe en pratique une limite supérieure au volume des cavités, cette valeur dépendant de la pression différentielle présentée au fluide propre pour laquelle le fluide doit être utilisé. Pour un type donné d'utilisation, il existe un volume optimal de cavités pour lequel la durée du filtre est maximale.

Comme noté précédemment, on a déjà tenté de réaliser de tels filtres pour filtration en profondeur à partir de matériaux fibreux et de prolonger leur durée d'utilisation par réalisation d'une porosité graduée, obtenue avec un profil de densité, la densité augmentant dans le sens de circulation du fluide en cours de filtration. Ces tentatives ont rencontré un certain succès, mais les structures de filtration présentent des restrictions importantes. Celles-ci comprennent notamment la durée relativement courte due à la plage limitée dans laquelle les diamètres des pores peuvent être changés, et la réduction des diamètres des pores due à la compression lors de l'utilisation avec du fluide visqueux ou avec des débits très élevés de liquide.

La présente invention a pour but de supprimer pratiquement les inconvénients des filtres cylindriques fibreux pour filtration en profondeur qui ont été utilisés jusqu'à présent.

La structure cylindrique fibreuse selon l'invention est caractérisée par une masse fibreuse de microfibrilles polymères de synthèse non tissées, les microfibrilles étant pratiquement dépourvues de liaisons mutuelles et étant fixées les unes aux autres par imbrication ou entremêlement mécanique, la masse fibreuse ayant une porosité sensiblement constante sur une partie importante au moins mesurée en direction radiale.

Les structures cylindriques fibreuses selon l'invention ont, par rapport aux filtres cylindriques fibreux pour filtration en profondeur du type disponible jusqu'à présent, une plus grande durée de filtration, c'est-à-dire une plus grande capacité de fixation des saletés avec un rendement égal ou un meilleur rendement pour une durée égale d'utilisation, ou à la fois un meilleur rendement et une plus grande capacité de fixation des saletés. Elles présentent aussi la possibilité d'extraire des impuretés particulières plus fines que celles qui ont été extraites jusqu'à présent par les filtres cylindriques fibreux pour filtration en profondeur disponibles dans le commerce.

Le procédé de fabrication d'une structure fibreuse cylindrique selon la présente invention comporte les étapes suivantes:

(a) l'extrusion d'un matériau polymère de synthèse à l'aide d'une filière de filage et l'atténuation du matériau polymère extrudé afin que des microfibrilles polymères de synthèse soient formées par application d'un ou plusieurs courants gazeux dirigés vers un mandrin rotatif et un rouleau de mise en forme coopérant avec le mandrin,

(b) le refroidissement des microfibrilles polymères de synthèse avant leur collecte sur le mandrin, à une température inférieure à celle à laquelle elles se lient ou s'associent par fusion les unes aux autres, afin que les liaisons entre fibres soient pratiquement éliminées, et

(c) la collecte des microfibrilles refroidies sur le mandrin sous la forme d'une masse fibreuse non tissée avec application d'une force à la surface externe des microfibrilles collectées sur le mandrin par le rouleau de mise en forme afin que la structure cylindrique soit réalisée, les différents paramètres du procédé étant réglés de manière que la masse fibreuse collectée ait une porosité ou volume de cavités qui est pratiquement constant sur une partie importante de la masse, de préférence sa plus grande partie, mesurée en direction radiale.

Il est préférable, notamment dans le cas des fibres relativement grossières, que le refroidissement des microfibrilles soit facilité par injection d'un fluide de refroidissement dans le courant des microfibrilles avant qu'elles ne viennent frapper le mandrin ou le rouleau de mise en forme, afin que l'élimination des liaisons entre fibres soit facilitée.

En outre, il est préférable que les microfibrilles atténuées ou étirées viennent frapper le rouleau de mise en forme qui est maintenu à une température nettement inférieure à la température de fusion ou de ramollissement des fibres afin que le refroidissement soit accru avant que les microfibrilles ne soient transférées au mandrin rotatif et collectées sur celles-ci, si bien qu'un refroidissement supplémentaire est assuré et la probabilité de formation de liaisons indésirables entre fibres est encore réduite. De préférence, le courant des microfibrilles est dirigé vers le rouleau de mise en forme et le mandrin de manière que la plus grande partie au moins soit d'abord au contact du rouleau de mise en forme (sur lequel elles se refroidissent encore) et soit ensuite transférée sur le mandrin rotatif. En outre, lorsque le rouleau de mise en forme est humide, notamment lorsque la collecte des microfibrilles sur le mandrin commence, une mise en route plus fiable est obtenue par un meilleur transfert des microfibrilles sur le mandrin (transfert plus uniforme), c'est-à-dire que les possibilités de formation de liaisons indésirables entre couches sont réduites et l'enroulement est plus régulier, avec une formation minimale d'agglomérats et une disposition plus régulière et uniforme des fibres.

En outre, la machine est réalisée de préférence de manière qu'elle permette un accès libre d'air secondaire destiné à faciliter le refroidissement rapide des fibres chaudes qui viennent d'être formées.

Les caractéristiques et avantages de l'invention seront mieux compris à la lecture de la description qui va suivre en se référant aux dessins annexés sur lesquels:

la figure 1 est une perspective d'une machine utilisée pour la fabrication des structures cylindriques de filtration selon l'invention;

la figure 2 est une perspective d'un dispositif auxiliaire de collecte qui peut être utilisé avec la machine de la figure 1;

la figure 3 est une perspective avec des parties arrachées d'une structure cylindrique de filtration selon l'invention;

la figure 4 est un graphique représentant la variante de la pression de résine (ou un matériau polymère) en fonction du diamètre des fibres;

la figure 5 est un graphique représentant la variation de la pression d'air de fibrage en fonction du diamètre des fibres;

la figure 6 est un graphique représentant la variation de la pression d'air du rouleau de mise en forme en fonction du diamètre des fibres;

la figure 7 est un graphique représentant la variation du débit de résine en fonction de la pression de la résine, et

la figure 8 est un graphique représentant la variation du diamètre particulière pour lequel le taux nominal d'extraction est égal à 99,9%, en fonction du diamètre des fibres.

La figure 1 représente la machine pour la fabrication des structures cylindriques de filtration selon l'invention, comprenant une filière 10 qui reçoit la résine fondue d'une extrudeuse 11 entraînée par un moteur et qui reçoit aussi un gaz comprimé chaud, de préférence de l'air, provenant d'un dispositif 12 de chauffage. La filière 10 a de nombreuses buses individuelles 13 d'extrusion dans lesquelles la résine fondue est transformée en fibres. Dans le mode de réalisation préféré représenté sur la figure 1, le courant de résine chaude (matériau polymère) provenant de l'extrudeuse 11 jusqu'à la filière 10 sort de chaque buse sous pression (pression d'air de fibrage). Les microfibrilles polymères thermoplastiques fondues portant la référence générale 14 se forment lorsque la résine est extrudée des buses 13 et sont atténuées ou étirées par les jets de gaz chaud indiqués précédemment, qui transportent les microfibrilles vers le haut, vers le rouleau cylindrique 15 de mise en forme qui coopère par rotation avec le mandrin mené 16 qui est aussi de préférence mobile en translation. Le rouleau 15 peut être refroidi, par exemple par circulation d'air ambiant non chauffé, dans ses parties internes. Lorsqu'une structure de filtration qui est supportée est en cours de formation, avant le début de la collecte des microfibrilles sur le mandrin, un ou plusieurs noyaux ajourés ou âmes 17 de filtres (tels que représentés en détail sur la figure 3) sont placés sur le mandrin. Dans une variante, comme décrit précédemment, dans certaines applications à basse pression, une âme ou un organe central de support peut ne pas être nécessaire et, dans ce cas, la structure cylindrique de filtration peut être formée directement sur un mandrin plein. Le mandrin 16 et les âmes 17 sont réalisés de manière que les âmes tournent avec le mandrin, soit du fait du frottement entre les âmes et le mandrin, soit sous l'action de ressorts ou d'autres dispositifs convenables.

Le rouleau 15 de mise en forme est de préférence monté sur des paliers afin qu'il puisse tourner librement, c'est-à-dire qu'il tourne librement lorsqu'il est au contact du mandrin 16 ou avec la matière fibreuse collectée sur le mandrin 16 ou avec les âmes 17 (comme représenté sur la figure 3) qui peuvent être placées sur le mandrin 16. En outre, le rouleau 15 de mise en forme est de préférence repoussé, par exemple par un vérin pneumatique 18, agissant sur l'arbre 9 qui est lui-même monté de manière qu'il puisse tourner sur des paliers. Le vérin 18, par l'intermédiaire de l'arbre 9, exerce une force sur le rouleau 15 de mise en forme, de manière réglée, afin qu'il soit écarté du mandrin 16 ou rapproché de celui-ci. Suivant les caractéristiques de friction du vérin pneumatique et la nature des fibres collectées, un amortissement de l'arbre 9 peut être souhaitable afin que le rouleau 15 ne puisse pas vibrer.

Le mandrin 16 est entraîné en rotation par un moteur (non représenté) à une vitesse qui est en général comprise entre 50 et 500 tr/min et, dans le mode de réalisation préféré représenté sur la figure 1, il est déplacé axialement à une vitesse comprise entre environ 3 et 91,4 m/min. La longueur de la course du mandrin, en translation, dépend de la longueur voulue de la structure ou des structures cylindriques de filtration en cours de formation.

Des gouttelettes d'eau 19 finement divisée ou d'un autre fluide de refroidissement sont de préférence injectées dans le courant de fibres 14, par un côté des buses 20 ou des deux côtés, et vient frapper le courant de fibres à une faible distance au-dessus des buses 13 d'extrusion, par exemple à une distance de 2,5 à 12,7 cm, afin que les

microfibrilles soient refroidies et que leur liaison mutuelle soit empêchée, surtout lors de la fabrication de fibres relativement grossières.

Lors du fonctionnement, les microfibrilles sont projetées vers le haut, vers le rouleau 15 de mise en forme et le mandrin 16, en général une partie frappant le rouleau 15 de mise en forme à partir duquel elles sont transférées de façon continue sur les âmes 17 montées sur le mandrin rotatif et alternatif 16. Lorsque le mandrin 16 tourne et se déplace en translation, le diamètre de la masse cylindrique de fibres collectées sur les âmes 17 augmente.

Il est en général préférable que la plus grande partie du courant fibreux 14 au moins frappe le rouleau de mise en forme 15 plutôt que le mandrin 16, car cela provoque la formation d'un produit plus uniforme et plus reproductible dans lequel les fibres ne présentent des liaisons mutuelles que faibles ou nulles, c'est-à-dire que les fibres ne présentent pratiquement pas de liaisons mutuelles.

Dans certaines conditions, surtout lors de la collecte de fibres dont le diamètre est inférieur à 1,8-2 microns, un organe collecteur auxiliaire 22, tel que représenté sur la figure 2, peut être avantageusement utilisé. Cet organe peut être une feuille ou une plaque plate, fixe par rapport au rouleau de mise en forme. Dans une variante, il peut avoir un rayon modéré, la face concave étant tournée vers le bas, vers le courant fibreux 14. Il est monté de préférence de manière qu'un premier bord se trouve à 0,25 cm au moins de la surface du rouleau de mise en forme. L'organe collecteur 22 est fixé par des supports 23 au châssis 24 qui porte le rouleau 15 de mise en forme. Le rôle de l'organe 22 est de collecter les fines fibres qui pourraient passer au-delà du rouleau de mise en forme. Les fibres sont transférées au rouleau 15 puis au mandrin rotatif et alternatif 16 dès qu'elles sont collectées sur l'organe 22.

Le système utilisé pour le fibrage de la résine ou du matériau polymère peut être de différents types, car de nombreux types sont décrits dans les brevets et la littérature. On peut par exemple consulter l'article «Superfine Thermoplastic Fibers» paru dans le numéro 8, août 1956, volume 48 de *Industrial and Engineering Chemistry*. Le courant ou les courants de résine peuvent être discontinus (c'est-à-dire transmis par des buses individuelles) ou continus (c'est-à-dire transmis par une fente), et le courant ou les courants d'air peuvent de même être continus ou discontinus. En outre, une combinaison de telles configurations peut être utilisée, par exemple lors de la préparation d'un élément de filtration à partir d'au moins deux matériaux polymères différents.

En outre, un certain nombre de paramètres du procédé peuvent être réglés afin que toute combinaison voulue de diamètres de fibres et de porosités puisse être obtenue, entre les limites permises par l'appareil. Comme l'indiquent les exemples qui suivent, il est préférable que quatre paramètres soient utilisés lors de la mise en œuvre de l'appareil de la figure 1. Ces paramètres sont les suivants :

- (1) Débit de transmission de résine (ou de matériau polymère) à la filière de fibrage

Ce débit est réglé par augmentation ou réduction de la pression développée par l'extrudeuse qui est obtenue à son tour par modification de sa vitesse. Lorsque le débit augmente, les fibres formées sont plus grosses et la porosité du cylindre fibreux collecté a tendance à diminuer.

- (2) Débit de gaz de fibrage

Ce débit est réglé par modification de la pression à laquelle le gaz, par exemple l'air, est transmis à la filière de fibrage. Lorsque le débit du courant gazeux (ou des courants) augmente, le diamètre des fibres diminue et la porosité a tendance à augmenter.

- (3) Pression du rouleau de mise en forme

La pression du rouleau de mise en forme est modifiée afin que la porosité reste constante. Par exemple, lorsque le débit de gaz de fibrage diminue afin que le diamètre des microfibrilles augmente, la pression du rouleau de mise en forme doit être réduite afin que la porosité reste constante.

#### (4) Quantité et nature du refroidissement des fibres

Il s'agit de la quantité d'air secondaire, de la distance entre la filière et le collecteur (voir dans la suite), de la température du rouleau de mise en forme sur lequel il est préférable que les fibres parviennent, de la quantité et du mode de transmission du liquide de refroidissement, et des vitesses de rotation et de déplacement en translation du mandrin. Lorsque le diamètre des fibres est inférieur à 3-6 microns environ, le refroidissement par de l'eau n'est pas nécessaire, bien qu'il puisse être utilisé. L'effet de ces divers dispositifs de refroidissement sur la densité des fibres collectées varie et doit être déterminé empiriquement.

D'autres paramètres du procédé qui ont une influence sur la nature du cylindre de filtration formé mais qui ne nécessitent pas de modification après réglage, dans le mode de réalisation préféré, sont les suivants.

(1) La distance entre la filière et le collecteur, lorsqu'elle est trop grande, permet la formation de faisceaux de fibres avant le dépôt sur le rouleau de mise en forme (phénomène de «mise en mèche»), provoquant la formation d'un produit non uniforme. Lorsque cette distance est trop faible, les fibres peuvent être insuffisamment refroidies lorsqu'elles sont collectées, avec éventuellement fusion ou ramollissement qui a tendance à refermer les pores et à empêcher un écoulement libre des fluides dans la masse fibreuse lorsqu'elle est utilisée comme dispositif de filtration.

Cette distance optimale entre la filière et le collecteur dépend du diamètre et de la vitesse des fibres, ainsi que de la rapidité avec laquelle elles sont refroidies, et elle est déterminée expérimentalement.

Cette distance filière-collecteur peut être utilisée comme paramètre de réglage et en fait, elle a été utilisée à cet effet au début de la mise au point de l'invention, mais non ultérieurement car la variation des quatre paramètres indiqués précédemment s'est révélée plus commode et plus convenable.

(2) La température de la résine ou du matériau polymère transmis à la filière de fibrage a un effet important sur les caractéristiques du produit. Lorsque cette température augmente, le diamètre des fibres diminue, et les températures excessivement élevées provoquent la formation de fibres très courtes et de granules et réduisent aussi notablement la masse moléculaire de la résine par dépolymérisation. La température optimale est déterminée au mieux expérimentalement puisqu'elle dépend d'un certain nombre de facteurs, notamment du matériau polymère particulier, de la nature de la structure voulue et des caractéristiques d'un appareil donné, par exemple de la dimension de l'extrudeuse, par rapport au débit de résine.

(3) La température de l'air de fibrage a un effet relativement faible, pourvu qu'elle soit maintenue à une valeur ne différant pas de plus de 28° C environ de celle de la résine.

(4) La température du rouleau de mise en forme est de préférence faible, par exemple proche de la température ambiante, afin que l'empêchement de la formation de liaisons, entre fibres collectées sur le rouleau, soit facilité, avant transfert sur le mandrin rotatif et alternatif.

(5) La vitesse de rotation du mandrin, lorsqu'elle augmente, facilite l'empêchement de la formation de liaisons entre fibres.

(6) La vitesse de déplacement alternatif du mandrin (translation axiale) facilite l'empêchement de la formation de liaisons entre fibres lorsqu'elle est élevée. Le diamètre des fibres des structures cylindriques fibreuses peut être modifié de manière continue ou par paliers d'une partie de la structure cylindrique de la masse fibreuse à une autre, en direction radiale, par variation des débits de résine et d'air de fibrage, la porosité étant maintenue pratiquement constante, par variation de la force d'appui du rouleau de mise en forme sur la masse cylindrique de fibres lors de la formation de la structure sur le mandrin rotatif, au cours du procédé de l'invention. Comme l'indique la figure 8, lorsque la porosité est constante, la dimension des pores varie avec le diamètre des fibres. Le procédé selon l'invention permet une variation continue par paliers du diamètre des pores d'une partie du filtre à une autre, de toute manière voulue.

Lorsque le diamètre externe voulu de la structure fibreuse cylindrique a été obtenu, l'opération est terminée par interruption de la transmission de résine et d'air sur le rouleau 15, par interruption de la force d'application du rouleau 15 ou par inversion de cette force, et par arrêt du mandrin 16, et la structure cylindrique fibreuse formée, avec le ou les noyaux, peut être alors retirée du mandrin 16. Les extrémités de la structure cylindrique obtenue sont alors découpées à la longueur et, lorsque plusieurs noyaux 17 ont été utilisés, d'autres découpes sont réalisées afin que chaque tronçon soit séparé, des structures cylindriques individuelles de filtration, parfois appelées cylindres de filtration, éléments de filtration ou simplement éléments, étant ainsi formées. Une structure cylindrique de filtration selon l'invention est représentée sur la figure 3. Cette structure qui porte la référence générale 30 comprend une âme creuse 17 de support et une masse fibreuse de microfibrilles polymères de synthèse non tissées 31.

Comme indiqué précédemment dans certaines applications, il peut être souhaitable de former les structures cylindriques fibreuses selon l'invention directement sur le mandrin sans utilisation d'un noyau ou support interne. Cependant, dans la plupart des applications, il est souhaitable que la structure, lorsqu'elle est utilisée comme filtre, puisse supporter des pressions différentielles de 2,81 bar ou plus sans s'affaisser ou sans perdre son intégrité. Les porosités des masses fibreuses non liées des structures selon l'invention, qui donnent des combinaisons souhaitables d'un rendement élevé et d'une longue durée d'utilisation, sont en général trop élevées pour que les structures puissent supporter des pressions de cet ordre sans s'affaisser, si un organe interne de support n'était pas disposé. Ainsi, dans la plupart des applications, il est souhaitable de former le filtre sur un organe central ou âme relativement rigide de support, sous forme creuse, perforée ou ouverte, réalisée de manière que cet organe ou cette âme supporte la masse fibreuse ou les fibres collectées. L'âme ou organe central 17 doit être de type ouvert ou perforé comme représenté sur la perspective de la figure 3 qui représente une structure cylindrique ayant un support, puisqu'il doit assurer la formation de passages convenables pour la circulation du fluide filtré dans la partie centrale de l'âme (configuration de filtration de l'extérieur vers l'intérieur) ou inversement, la circulation du fluide à filtrer provenant du centre creux de la structure vers la masse fibreuse (configuration de l'intérieur vers l'extérieur). Par exemple, l'âme qui est relativement rigide par rapport à la masse des fibres collectées à l'extérieur, pour pouvoir assurer un support nécessaire, a des ouvertures 32 qui ont une dimension de l'ordre de 0,6 cm ou moins et en général qui ne dépassent pas 1,3 cm.

L'âme ou organe central de support peut être formé par divers procédés et avec divers matériaux, par exemple une résine synthétique, formée par moulage par injection ou extrusion, ou à l'aide d'un métal traité de manière classique. L'âme peut aussi avoir de nombreuses petites protubérances à sa face externe, bien que cela ne soit pas nécessaire, afin que la fixation des microfibrilles à l'extérieur de l'âme soit facilitée.

Une autre possibilité comprend la construction d'une âme de support formée de fibres liées sur le mandrin, les conditions étant alors telles que les fibres se lient les unes aux autres pendant la première partie de la formation de la structure fibreuse, c'est-à-dire que la nature et la quantité du refroidissement des fibres sont réduits au minimum, et le procédé selon l'invention est ensuite exécuté dans des conditions telles que la liaison entre fibres est pratiquement éliminée. La structure résultante assure le support interne nécessaire pour que l'élément ne s'écrase pas sous l'action des pressions classiques de fonctionnement, et elle présente l'avantage supplémentaire d'avoir une structure centrale qui peut elle-même assurer une certaine filtration, tout en étant solidement liée à elle-même (organe central de support).

Dans le cas d'une utilisation à très basse pression (par exemple entre environ 0,35 et 1,76 bar), les filtres cylindriques en profondeur selon l'invention peuvent être réalisés directement sur un mandrin lisse et utilisés sans âme. Il est aussi évidemment possible de réaliser

une structure cylindrique de filtration sans âme et de placer ensuite une âme ou un organe central de support à l'intérieur.

Des structures fibreuses préférées, réalisées selon le procédé de l'invention, comportent une masse fibreuse de microfibrilles polymères de synthèse non tissées qui sont pratiquement dépourvues de liaison entre fibres, fixées par entremêlement ou imbrication mécanique, la masse fibreuse ayant une porosité volumique sensiblement constante, par exemple comprise entre environ 60 et 95% et de préférence entre environ 64 et 93%, et de façon encore plus avantageuse, comprise entre 75 et 85% environ. Lorsque la résine est le polypropylène, la porosité la plus avantageuse est d'environ 82%. Par exemple, l'épaisseur annulaire des structures cylindriques fibreuses selon l'invention, surtout lorsqu'elles sont utilisées comme filtres en profondeur, est comprise entre 1 et 2,5 cm, de préférence entre 1,3 et 2 cm et, de façon encore plus avantageuse, entre 1,5 et 1,8 cm. Comme l'indiquent les exemples qui suivent, la combinaison de ces caractéristiques, dans les structures cylindriques de filtration selon l'invention, donnent un rendement élevé de filtration et une excellente capacité de fixation de saleté ou une excellente durée d'utilisation.

Des matériaux polymères qui conviennent particulièrement bien selon l'invention sont les matières thermoplastiques telles que des polyoléfinés, notamment le polypropylène et le polyméthylpentène, les polyamides, notamment les nylon 6, 610, 10, 11, 12, et les polyesters, notamment le téréphtalate de polybutylène et le téréphtalate de polyéthylène. D'autres polymères convenables mais moins avantageux sont des polymères d'addition tels que ceux du fluorure de polyvinyle, du fluorure de polyvinylidène et leurs copolymères, ainsi que les polycarbonates.

Le procédé selon l'invention peut aussi être utilisé avec des solutions de résine dans des solvants convenables, la température pouvant être alors égale à la température ambiante ou même plus faible. Dans ce mode de réalisation, le solvant doit s'évaporer au moins en grande quantité avant la collecte des fibres afin que celles-ci ne puissent pas se lier les unes aux autres.

Les résines thermodurcissables, sous forme partiellement polymérisée, peuvent former des fibres mais ne constituent pas des matériaux avantageux car leur utilisation est complexe.

Les diamètres des fibres peuvent varier entre environ 1,5 micron et moins de 20 microns ou plus. Cependant, lorsque le produit est réalisé avec une porosité comprise entre 75 et 85%, des diamètres de fibres supérieurs à 20 microns environ provoquent la formation d'éléments et grossiers qu'ils n'ont guère d'application pour la filtration.

Les rapports d'allongement des fibres sont élevés, par exemple 1000 et plus. En fait, il est très difficile, même par examen au microscope, de déterminer les rapports longueur/diamètre, car il est difficile de trouver les extrémités des fibres.

Divers adjuvants, tels que du charbon actif, des résines échangeuses d'ions et analogues, peuvent être incorporés aux structures fibreuses cylindriques selon l'invention, par exemple par introduction dans le courant de fibres avant sa collecte. En outre, les structures fibreuses cylindriques selon l'invention peuvent être formées à toute longueur voulue. Les structures fibreuses cylindriques peuvent en outre être traitées par exemple par application d'un support externe et par incorporation de capuchons d'extrémité ayant une forme telle qu'ils s'ajustent dans l'ensemble particulier de filtration dans lequel l'élément résultant doit être utilisé.

L'expression «pratiquement dépourvues de liaisons entre fibres» utilisée dans le présent mémoire désigne les caractéristiques des microfibrilles constituant la masse fibreuse des structures fibreuses cylindriques selon l'invention. Les microfibrilles sont imbriquées ou entremêlées mécaniquement. C'est cet entremêlement mécanique qui assure l'intégrité de la structure de la masse fibreuse. A l'examen au microscope avec un grandissement compris entre 10 et 100, la partie fibreuse de la structure peut présenter des liaisons aléatoires entre fibres, mais ces liaisons sont en quantité telle qu'elles ne nuisent pas notablement au fonctionnement du filtre ou qu'elles ne contribuent

pas notamment à l'intégrité du filtre. En outre, il est possible de séparer des fibres qui ont des profils lisses et propres, sans protubérances ou sans agglomérats séparables de fibres du type qui apparaît habituellement sur les fibres des structures ayant des liaisons importantes entre fibres, par utilisation de brucelles.

L'expression «porosité sensiblement constante» ou «volume de cavités sensiblement constant» utilisée dans le présent mémoire désigne la porosité moyenne de la masse fibreuse de la structure cylindrique de filtration et elle ne varie pas de plus de 1 à 2% environ. Les déterminations de porosité ou au contraire de densité peuvent être réalisées à l'aide d'une série de cinq calibres en U. Les diamètres des calibres ont été choisis de manière que la différence entre deux calibres représente un cinquième du volume total de fibres collectées sur la structure cylindrique, pendant sa formation. Lorsque la résine ou le matériau polymère est transmis avec un débit constant, le temps nécessaire à l'obtention du diamètre de chaque calibre est enregistré. Cette opération est répétée sur dix cylindres successifs de filtration, dans des mêmes conditions, et les temps obtenus permettent la détermination d'une moyenne. La porosité en pourcentage déterminée par cette opération a été déterminée comme précise à mieux que 2% environ et mieux que 1% environ dans le cas des fibres très fines.

Comme l'indiquent la figure 8 et le tableau II qui suit, les éléments de filtration ayant chacun une porosité de 82% et un diamètre constant de fibres dans toute l'épaisseur (mais variant d'un élément à un autre, de 1,9 à 12,6 microns) ont donné des valeurs nominales d'extraction allant de moins de 1 micron, par exemple 0,5 micron et même moins, jusqu'à plus de 40 microns.

Une configuration qui est utile, car elle assure une filtration préalable pour une très large gamme de filtres finals, est réalisée à l'aide d'un programme portant sur la pression du rouleau de mise en forme, sur le débit de résine, sur le débit d'air de filtrage et sur le débit d'eau de refroidissement, avec formation d'un élément de densité constante ayant des fibres dont le diamètre varie entre 1,9 micron au niveau du diamètre interne en aval et 12,6 microns environ au niveau du diamètre externe, en amont. Le profilage des diamètres de fibres peut être modifié de façon très diverse; par exemple, dans certaines applications, une plus grande proportion de fibres fines peut être utilisée alors que, dans d'autres applications, des fibres plus grossières peuvent être préférées. Dans le cas d'une utilisation comme filtre préalable, les éléments de filtration peuvent être réalisés avec des diamètres de fibres en progression géométrique. Dans une telle construction, lorsque l'élément est divisé en N parties cylindriques contenant chacune le même poids de fibres (et le même volume aussi), le diamètre des fibres de chaque partie est supérieur à celui de la partie aval adjacente d'un facteur F tel que

$$F = \left( \frac{12,6}{1,9} \right)^{\frac{1}{N-1}}$$

Par exemple, lorsque le nombre de tronçons est égal à 20 ( $N = 20$ ), F est égal à 1,105.

Une autre configuration qui est souhaitable, car elle combine une filtration absolue à une filtration préalable, est telle que la partie aval du filtre est réalisée à l'aide de fibres de diamètre constant alors que la partie amont a un diamètre de fibres qui varie entre celui de la partie aval et un diamètre plus grand. La partie aval de diamètre constant peut former 20 à 80% environ du volume total de la masse fibreuse et, de manière correspondante, la partie amont variable de l'élément peut former 80 à 20% en volume environ. Une configuration préférée est celle d'un élément de filtration dans lequel 50% environ du volume de l'élément ont un diamètre constant de fibres de 1,9 micron (partie aval), et la partie amont a une structure dont les fibres ont un diamètre qui varie progressivement, par exemple entre 1,9 micron et 8 à 12 microns. Une autre configuration est analogue à la précédente, mais la partie de diamètre constant a des fibres de diamètre de 8 microns et la partie de diamètre variant progressivement contient des fibres dont le diamètre varie de 8 microns à 12-16 microns.



Dans une autre configuration souhaitable, la partie aval du filtre a une porosité constante et un diamètre constant de fibres, et la partie amont a la fois des fibres de diamètre variable et une porosité variable.

Les éléments de filtration peuvent être réalisés avec des fibres dont le diamètre est aussi faible que 1,6 micron. Des fibres encore plus fines peuvent être utilisées mais elles ne sont pas préférables car les débits de production deviennent alors de plus en plus faibles et la collecte des fibres est de plus en plus difficile, une plus grande proportion n'étant pas collectée sur les parties utiles de l'appareil. D'autres éléments sont réalisés avec des fibres aussi grossières que 16 microns, mais ils ont des valeurs nominales d'extraction si élevées qu'ils ont une application pratique limitée ou, lorsqu'ils sont très denses, une capacité relativement faible de fixation de saleté. Les éléments de filtration réalisés avec des parties aval formées de fibres de 13 microns ou moins peuvent cependant, dans certaines applications, coopérer avantageusement avec des couches amont dont les fibres peuvent avoir un diamètre atteignant 16 microns et même plus.

Des éléments de filtration selon l'invention peuvent être réalisés avec une résine de polypropylène, avec des porosités variant entre 64 et 93%. Des porosités supérieures à environ 85 à 88% ne sont pas préférables, car les éléments risquent de se déformer sous l'action de pressions différentielles relativement faibles, par exemple de 0,35 à 0,7 bar, avec modification correspondante du diamètre des pores. Des porosités inférieures à 75% environ ne sont pas préférables en général, dans la gamme de travail de la plupart des filtres qui correspond à des pressions différentielles pouvant atteindre 2,81 à 4,22 bar, car la durée d'utilisation des fibres diminue lorsque la porosité diminue. Une exception porte sur l'utilisation de faibles porosités lors de la fabrication de filtres ayant des diamètres de fibres comprises dans la partie inférieure de la plage de diamètres de fibres utilisable en pratique, par exemple de 1,6 à 2 microns. De tels filtres retirent les particules plus fines que celles qui seraient retirées avec une porosité plus élevée, et ils sont utiles pour cette raison. Dans le cas d'opérations de filtration mettant en œuvre des éléments formés de fibres dont le diamètre dépasse 1,6 à 2,0 microns, pour des pressions différentielles pouvant atteindre 2,81 à 4,22 bar, la plage préférée de porosité est comprise entre 78 et 85%. Dans le cas des applications dans lesquelles la pression différentielle dépasse 4,22 bar et peut atteindre 14 bar et plus, de plus faibles porosités, aussi faibles que 60% et même moins, peuvent être nécessaires afin que l'élément ne s'écrase pas sous pression. Des porosités plus élevées peuvent être utilisées avec des éléments de filtration préparés à partir de matériaux résineux de module relativement élevé, tels que le nylon 6, présentant une meilleure résistance à la déformation que le polypropylène.

On considère maintenant le rendement, la valeur nominale d'extraction et la capacité de fixation de saleté, c'est-à-dire la durée d'utilisation. Ces caractéristiques sont déterminées sur des éléments de 6,35 cm de diamètre externe, 2,8 cm de diamètre interne et 25,4 cm de longueur, par mise en œuvre d'une variante de l'essai F2 mise au point dans les années 1970 à Oklahoma State University. Dans cet essai, une suspension d'une impureté artificielle dans un fluide approprié d'essai, dans le filtre d'essai, avec échantillonnage continu du fluide en amont et en aval du filtre en cours d'essai. Les échantillons sont analysés par des compteurs automatiques de particules, afin que les fractions ayant au moins cinq diamètres particuliers prédéterminés différents et le rapport du nombre en amont au nombre en aval soient enregistrés automatiquement. Ce rapport connu dans l'industrie sous le nom de rapport  $\beta$  donne le rendement d'extraction pour chacun des diamètres particuliers prédéterminés.

Le rapport  $\beta$ , pour chacun des cinq diamètres ou plus déterminés, est porté en ordonnées en fonction du diamètre particulière, en abscisses, habituellement sur un graphique dont les ordonnées sont portées avec une échelle logarithmique et l'abscisse avec une échelle  $\log^2$ . Une courbe régulière est alors tracée entre ces points. Le rapport  $\beta$ , pour un diamètre quelconque dans la plage essayée, peut être

alors lu sur cette courbe. Le rendement, pour un diamètre particulière donné, est calculé d'après le rapport  $\beta$  avec la formule:

$$\text{Rendement, \%} = 100 (1 - 1/\beta^2).$$

Par exemple, lorsque  $\beta = 1000$ , le rendement est égal à 99,9%.

Sauf indication contraire, les taux nominaux d'extraction, dans les exemples indiqués dans la suite, désignent les diamètres particuliers pour lesquels  $\beta$  est égal à 1000 et le rendement est égal à 99,9%.

Des rendements compris entre 1 et 20 à 25 microns ont été déterminés à l'aide de l'impureté d'essai sous la forme d'une suspension d'une poussière fine AC, c'est-à-dire une poussière siliceuse naturelle fournie par the AC Spark Plug Company. Avant utilisation, une suspension de la poussière dans l'eau est mélangée jusqu'à ce que la dispersion soit stable. Le débit d'essai était de 10 l/min de suspension aqueuse. La même opération a été appliquée à des filtres ayant des rendements inférieurs à 1 micron, par détermination des rendements à 1, 1,2, 1,5, 2, 2,5 et 3 microns et par extrapolation des données à moins de 1 micron.

Des rendements supérieurs à 20 microns environ ont été déterminés à l'aide de perles sphériques de verre N° 3000 de Porter's Industries Incorporated, en suspension dans du fluide hydraulique MIL-H-5606. Ces perles de verre avaient une granulométrie allant de moins de 15 microns jusqu'à 50-55 microns et plus. La viscosité de ce fluide est d'environ 12 centipoises à la température d'essai de 37,8° C. Le débit d'essai était de 20 l/min. Le débit et la viscosité plus élevés assurent le maintien des perles en suspension jusqu'à un diamètre de 100 microns environ.

Des filtres de la gamme 20 à 25 microns ont souvent été testés par les deux procédés. Les résultats portant sur le rendement et la capacité de fixation de saleté sont habituellement comparables.

Dans les essais à base aqueuse et à base d'huile, la perte de charge dans les filtres a été mesurée lorsque la suspension a circulé dans le filtre, et elle a été enregistrée au cours du temps. La quantité d'impuretés parvenant sur le filtre, nécessaire à l'apparition d'une pression différentielle de 4,2 bar, est enregistrée comme représentant la «durée» ou capacité de fixation de l'élément d'essai.

Selon une caractéristique des filtres en profondeur, notamment des cavités relativement grossières, ce rendement a tendance à diminuer aux grandes pressions différentielles. Comme les filtres sont rarement exposés à des pressions différentielles atteignant 4,2 bar, les rendements sont donnés sous la forme de la moyenne pour les deux tiers initiaux environ de la durée totale du filtre.

Comme noté précédemment, les résultats indiqués pour moins de 1 micron sont obtenus par extrapolation. Un certain nombre d'éléments de filtration ayant des rendements élevés à moins de 1 micron ont aussi été essayés par circulation de suspension de bactéries de dimensions connues, afin qu'il soit certain que les résultats extrapolés étaient raisonnablement proches des valeurs convenables, ou au moins plus défavorables.

Les concentrations de bactéries en amont et en aval ont été utilisées pour le calcul du rendement. Dans tous les cas, les rendements ainsi déterminés ont confirmé les résultats extrapolés de l'essai F2 ou ont indiqué un rendement encore plus élevé.

L'essai réalisé pour les petites dimensions, à l'aide de la poussière AC décrite précédemment, ont donné des rapports  $\beta$  importants et reproductibles atteignant 100 000 à 1 000 000 et ont permis en conséquence la mesure de rendements pouvant atteindre 99,999% et plus, alors que les perles de verre de plus petits nombres ont permis le calcul de rendements pouvant atteindre 99,99% et plus, jusqu'à 40 microns environ, avec des rendements de plus en plus faibles pour des diamètres de plus en plus grands.

On considère maintenant des essais de filtration à l'aide de bactéries. La filtration de suspensions de bactéries de dimensions connues est un procédé très utile et très sensible pour la détermination du rendement des filtres. Ce procédé est particulièrement utile dans le cas des filtres formés à l'aide de fines fibres, et pour une densité modérée à élevée, car l'extraction des bactéries est l'une des applica-

tions prévues importantes pour les filtres de qualité fine selon l'invention.

Des essais d'extraction de bactéries ont été réalisés de la manière suivante:

(a) Une suspension dans l'eau d'une souche pure de bactérie de dimensions connues a été préparée à une concentration comprise entre environ  $10^{10}$  et  $5 \cdot 10^{12}$  organismes/litre.

(b) L'élément de filtration a été placé dans un boîtier convenable et 1 litre de la suspension de bactéries a circulé dans l'élément, à raison de 0,5 à 1 l/min.

(c) Des quantités égales de l'effluent du filtre ont été collectées et diluées d'eau stérile 10, 100, 1000, etc., fois. Chaque solution ainsi diluée a alors été utilisée pour une culture formée dans une boîte de Petri, dans un milieu convenable de culture. Chaque bactérie présente a formé, en 24 à 48 heures, une colonie de bactéries suffisamment grande pour pouvoir être vue avec un faible grossissement au microscope. Le nombre de colonies, dans certaines dilutions, était si grand que les colonies ne pouvaient pas être comptées alors que, dans d'autres, elles étaient en trop petit nombre pour pouvoir être significatives au point de vue statistique. Cependant, il y avait toujours au moins une dilution qui donnait un nombre utile, permettant le calcul du nombre total de bactéries dans l'effluent. Une fois connu le nombre à l'entrée et le nombre à la sortie, le rendement a pu être calculé.

Les bactéries utilisées pour la mise au point de l'invention étaient *Pseudomonas diminuta* (Ps. d.) et *Serratia marcescens* (Serr. m.), dont les dimensions sont respectivement un diamètre de 0,3 micron et une longueur de 0,6-0,8 micron et un diamètre de 0,5 micron et une longueur de 0,8 micron.

Les exemples qui suivent sont donnés à titre purement illustratif.

#### Exemple 1:

*Préparation d'une structure cylindrique de filtration avec une dimension uniforme de fibres et une porosité uniforme (non variable)*

L'appareil décrit précédemment a été utilisé pour la préparation d'une structure cylindrique supportée de filtration ayant un tronçon central utilisable de 91,4 cm de longueur. La longueur de la filière de fibrage était de 15,9 cm, la course de mandrin alternatif était de 111,1 cm, la vitesse de rotation du mandrin était de 150 tr/min, la vitesse de translation axiale était de 1270 cm/min, et la distance filière/collecteur était de 31,1 cm. Le mandrin avait trois âmes perforées et creuses de filtration (sous la forme d'un réseau), ayant chacune un diamètre interne de 2,8 cm, un diamètre externe de 3,3 cm et une longueur de 24,9 cm, du type représenté sur la figure 3. Une résine de polypropylène, ayant un indice d'écoulement à l'état fondu de 30 à 35, a été chauffée à 382° C et la vitesse de rotation de l'extrudeuse a été réglée de manière qu'elle donne un débit total de résine de 1,83 g/s dans les buses distantes, ayant chacune un courant gazeux entourant le capillaire d'extrusion de résine à une pression de la résine de 43,9 bar. (Une résine de polypropylène ayant un indice d'écoulement à l'état fondu de 30 à 35 était la résine utilisée dans tous les exemples du présent mémoire, sauf indication contraire.) Une pression d'air de fibrage de 0,28 bar a été utilisée. Le diamètre moyen des fibres formées dans ces conditions avait été déterminé préalablement comme étant de 12,5 microns. Les microfibrilles de 12,5 microns de diamètre ainsi formées ont été dirigées sur le rouleau de mise en forme, refroidies par de l'air, repoussées contre le mandrin par un vérin pneumatique alimenté en air à une pression de 0,56 bar, et elles ont été transférées sur les âmes portées par le mandrin rotatif et alternatif. Le fibrage et la collecte ont été poursuivis jusqu'à ce que le diamètre externe de la structure cylindrique fibreuse (parfois appelée «cylindre de filtration», «élément de filtration» ou simplement «élément» dans le présent mémoire) atteigne 6,35 cm.

La densité moyenne de la partie fibreuse de la structure cylindrique de cet exemple était telle que la porosité était d'environ 81% (la porosité, en pourcentage, est égale à  $100(1 - D/d)$ , D étant la masse

volumique apparente et  $d$  la masse volumique de la résine, soit 0,9 g/cm<sup>3</sup> dans le cas du polypropylène utilisé).

Le tronçon central de la structure cylindrique a été découpé en trois tronçons destinés à former trois cylindres de filtration ayant chacun 24,9 cm de longueur et ayant chacun une âme de longueur correspondante de 24,9 cm à l'intérieur. Les porosités respectives des trois cylindres de filtration étaient égales, aux erreurs de mesure près; toutes les porosités étaient de 81,2%.

Les trois cylindres de filtration appelés A à C dans la suite ont été placés dans des boîtiers portant les dispositifs convenables d'étanchéité en bout et ont été essayés dans le procédé d'essai F2 décrit précédemment avec les résultats suivants:

Filtre	Durée ou capacité de filtration (g)	Taux d'extraction (µm)
A	82	40
B	81	41
C	82	39

L'examen au microscope des éléments a été réalisé alors à l'exception d'un nombre limité de petites zones localisées dans lesquelles un ramollissement indésirable des fibres apparaissait, les fibres individuelles pouvaient être retirées de la masse avec des pinces brucelles, sans qu'une adhérence aux fibres voisines apparaisse, c'est-à-dire que les profils des fibres étaient réguliers, sans protubérances indiquant une liaison entre fibres.

Il faut noter que, dans cet exemple, comme dans les exemples qui suivent dans lesquels des fibres de 2,5 microns ou plus ont été formées, une pulvérisation d'eau a été utilisée afin que le refroidissement des fibres soit accentué, si bien que la liaison indésirable des fibres a été réduite au minimum. La pulvérisation d'eau a été appliquée de la manière représentée sur la figure 1, avec des débits suffisamment élevés, compte tenu des autres techniques de refroidissement décrites précédemment, pour que les structures soient pratiquement dépourvues de liaisons entre fibres, c'est-à-dire avec un débit compris entre 80 et 140 cm<sup>3</sup>/min environ.

#### Exemple 2:

*Répartition de la porosité dans les structures cylindriques de filtration réalisées avec une pression constante du rouleau de mise en forme*

Une série d'éléments, ayant tous une dimension uniforme de fibres, a été directement préparée sur un mandrin collecteur de 3,3 cm de diamètre extérieur, à l'aide de l'appareil décrit précédemment et suivant le procédé de l'exemple 1. Ainsi, les éléments de cet exemple différaient de ceux de l'exemple 1 en ce qu'ils ne contenaient pas d'âme ou d'organe central de support. Les éléments, référencés D à H dans le tableau I qui suit, avaient tous un diamètre constant de fibres mais, d'un filtre à un autre, le diamètre variait de 12,5 à 2,5 microns comme l'indique le tableau I. Une série de cinq calibres en U a été préparée, le diamètre du premier calibre étant tel que le volume de fibres collectées représentait le cinquième du volume total de fibres collectées entre 3,3 cm, le diamètre interne du cylindre formé, et 6,35 cm représentant le diamètre externe de l'élément ou cylindre terminé. De même, la différence de diamètre entre le second et le premier calibre (le second ayant un diamètre supérieur à celui du premier) représentait le cinquième du volume de fibres collectées entre 3,3 cm et 6,35 cm. De même, la différence de diamètre entre le second et le troisième calibre représentait le cinquième du volume de fibres collectées entre 3,3 et 6,35 cm, et ainsi de suite jusqu'au cinquième calibre. Le débit de résine était maintenu constant et, lorsque le diamètre du cylindre a augmenté pendant la formation de chacun des éléments D à H, le temps nécessaire pour que le diamètre de chacun des cinq calibres soit atteint a été enregistré. Ces temps ont alors été utilisés pour la détermination de la porosité en pourcentage de chacun des cinq tronçons de chacun des éléments, les résultats figurant dans le tableau I qui suit.



Tableau I  
Porosité dans les tronçons

Filtre	Diamètre des fibres (µm)	Interne	2	3	4	Externe
D	12,5	84,1	83,0	80,8	80,5	80,0
E	9,0	84,3	83,7	81,8	81,3	83,0
F	6,8	83,1	82,5	81,6	81,7	82,3
G	4,5	84,7	83,0	82,4	81,8	82,2
H	2,5	83,5	82,1	82,8	82,7	83,8

La mesure de la porosité de la masse fibreuse (ou, en fait, la densité moyenne puisque la masse volumique des fibres est constante et égale à 0,9 g/cm<sup>3</sup>) par le procédé décrit précédemment n'est pas précise. On pense que la porosité, dans les éléments de filtration, est uniforme ou presque dans toute l'épaisseur du cylindre et que les erreurs provoquées par utilisation de la moyenne de ces porosités est faible. Ainsi, dans les exemples indiqués qui correspondent à toute une gamme de diamètres de fibres formées sur un seul élément, par réglage de la pression du rouleau de mise en forme, on considère que la porosité est constante dans toute la masse fibreuse, à 1 ou 2% près.

*Préparation d'une structure cylindrique de filtration à porosité constante, profilée afin qu'elle donne une large gamme de diamètres de pores par variation du diamètre des fibres (exemples 3 à 12)*

Les exemples 3 à 9 qui suivent correspondent à la préparation de fibres de porosité constante ou presque constante, ayant des taux d'extraction variant de moins de 1 micron jusqu'à 40 microns. Les exemples 10, 11 et 12 montrent comment les résultats obtenus dans les exemples 3 à 9 peuvent être utilisés pour la préparation d'élé-

ments de filtration de porosité constante avec un diamètre de fibres variant progressivement.

#### Etape 1

On a préparé une série d'éléments ou de structures cylindriques de filtration supportés (exemples 3 à 9) ayant une porosité constante ou presque constante de  $82 \pm 1\%$  et un diamètre uniforme de fibres. Bien que le diamètre des fibres dans un élément individuel soit constant, dans toute la série de cet élément formé, les diamètres de fibres allaient de 1,9 à 12,6 microns, comme l'indique le tableau II. Ce dernier indique aussi que les éléments de filtration avaient des taux d'extraction allant de moins de 1 jusqu'à 40 microns.

Ces éléments ont été préparés à l'aide du procédé et de l'appareil décrits dans l'exemple 1, mais la pression de la résine, la pression de l'air de fibrage et la pression de l'air du rouleau de mise en forme ont été modifiées afin que les diamètres des fibres aillent de 1,9 à 12,6 microns, comme l'indique le tableau II. La porosité moyenne de chaque élément a été maintenue aussi proche que possible de 82%, l'écart moyen étant inférieur à 0,4%. Les conditions ont été réglées de manière que les liaisons entre fibres soient pratiquement éliminées, dans les éléments formés, par mise en œuvre des procédés décrits précédemment; surtout, les fibres ont été collectées sur le rouleau de mise en forme et non sur le mandrin, et une pulvérisation d'eau a été utilisée lorsque le diamètre des fibres était supérieur ou égal à 2,5 microns. Tous les éléments ont subi l'essai F2 et on a déterminé le taux d'extraction (diamètre des particules du fluide reçu pour lequel le rendement d'extraction est égal à 99,9%) et la capacité de fixation de saleté (ou durée). Les conditions de préparation et les résultats des essais obtenus figurent dans le tableau II qui suit. Les figures 4, 5, 6, 7 et 8 représentent graphiquement la relation entre les paramètres importants du tableau II.

Tableau II  
Eléments de diamètre de fibre uniforme  
Conditions de production et caractéristiques

Exemple N°	Pression d'air du rouleau de mise en forme (bar)	Pression d'air de fibrage (bar)	Pression de résine (bar)	Débit de résine (g/s)	Débit d'eau de refroidissement (cm <sup>3</sup> /min)	Diamètre des fibres (µm)	Taux d'extraction (µm)	Capacité de fixation ou durée (g)
3	3,52	3,52	21,1	1,29	0	1,9	<0,1	6,6
4	3,16	4,22	35,2	1,71	124	2,5	2,1	8,3
5	2,11	4,22	43,9	1,88	124	2,9	3,1	8,8
6	1,41	2,11	43,9	1,90	124	4,4	5,7	10,1
7	1,05	1,12	43,9	1,84	124	6,2	11,0	15,0
8	0,70	0,63	43,9	1,85	124	9,0	18,0	23,3
9	0,56	0,35	43,9	1,80	124	12,6	40,0	82,0

#### Etape 2

Les figures 4 à 7 peuvent être utilisées pour la préparation d'un plan de travail qui permet la réalisation d'éléments de filtration ayant toute combinaison de diamètres de fibre entre 1,9 et 22,6 microns.

Il est préférable de façon générale de réaliser des éléments dans lesquels le liquide, en cours de filtration, circule de l'extérieur vers l'intérieur puis sort par l'âme (configuration extérieur-intérieur). Cependant, dans certains cas, par exemple lorsque les matières solides collectées doivent être retenues à l'intérieur de la cartouche de filtration, le sens peut être inversé (configuration intérieur-extérieur). Dans tous les cas, il est avantageux en général que les pores varient d'une dimension importante du côté amont à une faible dimension du côté aval, par utilisation de fibres de diamètres réduits, d'une manière variant progressivement, dans le sens de circulation du fluide, c'est-à-dire en direction radiale, avec maintien de la porosité à une valeur sensiblement constante.

La configuration du profil de variation de diamètre peut beaucoup changer. Dans certaines applications, il peut être souhaitable d'avoir une partie amont du filtre à variation progressive alors que

la partie aval a une dimension uniforme de pores. Dans une variante, notamment dans le cas d'un filtre préalable, toute l'épaisseur de la partie fibreuse du filtre peut varier suivant un profil convenable, les pores les plus gros se trouvant en amont et les plus petits en aval. L'exemple 10 correspond à un filtre de ce dernier type dans lequel des diamètres de fibres de plus en plus gros sont utilisés lors de la construction du filtre. Dans l'exemple 10, les diamètres de fibres varient en progression géométrique. La variation des diamètres des fibres en progression géométrique doit donner un élément de filtration bien adapté à des applications non spécifiques très diverses. Pour des applications spécifiques, d'autres variations peuvent être utilisées, par exemple linéaires, quadratiques, logarithmiques, etc. Dans une variante, les diamètres des fibres peuvent varier progressivement, sans discontinuité en direction radiale, c'est-à-dire avec un profil continu.

#### Exemple 10:

*Elément préparé avec une porosité constante et des diamètres de fibre qui varient dans toute l'épaisseur*

Les résultats des figures 4 à 7 (obtenus dans les exemples 3 à 9)

ont été utilisés, par mise en œuvre du procédé et de l'appareil décrits dans l'exemple 1, de la manière suivante:

(a) Le volume total de la partie fibreuse de l'élément de filtration à former (6,35 cm de diamètre externe, 3,30 cm de diamètre interne et 24,9 cm de longueur) a été divisé en 15 volumes élémentaires égaux;

(b) la gamme de diamètres des fibres allant de 1,9 à 12,6 microns a alors été divisée en 14 parts de diamètre croissant, chaque diamètre de fibre étant supérieur de 14,447% au précédent, le premier étant égal à 1,9 micron et le dernier à 12,6 microns (suivant une progression géométrique de diamètres de fibre comme indiqué dans le tableau III qui suit);

(c) les conditions de fonctionnement nécessaires à l'obtention

des 15 diamètres de fibres indiqués dans le tableau III ont été tirées des figures 4, 5 et 6.

Dans cet exemple, le filtre est réalisé de manière que les volumes élémentaires de masse fibreuse pour chacun des diamètres choisis de fibre soient égaux. Etant donné que la porosité est constante, aux erreurs expérimentales près, et égale à 82% et comme la densité est donc constante de manière correspondante, il fallait un poids égal de microfibrilles déposées sous la forme de chacun des 15 volumes élémentaires. Comme le débit de résine était fonction du diamètre des fibres, la figure 7 a été utilisée pour le calcul du temps nécessaire au dépôt d'un poids égal dans chacun des volumes élémentaires. Le résultat a été le programme de travail indiqué dans le tableau III qui suit.

Tableau III

Diamètre des fibres (µm)	Temps intervalle cumulé (s)		Pression de résine (bar)	Pression d'air de fibrage (bar)	Pression d'air du rouleau de mise en forme (bar)
1,9	23	23	21,1	3,52	3,52
2,2	19	42	28,8	3,94	3,45
2,5	17	59	35,1	4,22	3,16
2,9	16	75	43,9	4,22	2,11
3,3	16	91	43,9	3,80	1,90
3,7	16	107	43,9	3,16	1,69
4,3	16	123	43,9	2,18	1,48
4,9	16	139	43,9	1,69	1,27
5,6	16	155	43,9	1,34	1,12
6,4	16	171	43,9	0,98	0,98
7,4	16	187	43,9	0,84	0,84
8,4	16	203	43,9	0,74	0,74
9,6	16	219	43,9	0,67	0,63
11,0	16	235	43,9	0,53	0,56
12,6	16	251	43,9	0,35	0,49

L'élément de filtration de 24,9 cm de longueur, préparé comme décrit précédemment sur une âme de 24,9 cm de longueur, 2,79 cm de diamètre interne et 3,30 cm de diamètre externe, avait un diamètre externe de 6,35 cm, c'est-à-dire que la masse fibreuse avait un diamètre interne de 3,30 cm et un diamètre externe de 6,35 cm. L'élément de filtration avait les propriétés suivantes.

La perte de charge, à l'état propre, était de 0,13 bar, pour un débit de 10 l d'eau/min. La durée ou capacité de fixation de saleté était de 83 g pour une pression différentielle de 4,22 bar, le rendement de filtration dépassait 90% à 1,0 micron, 99% à 3,7 microns, 99,9% à 5 microns et 99,99% à 5,6 microns; le rendement d'extraction de bactéries, déterminé avec l'organisme *Pseudomonas diminuta* (Ps. d.) de 0,3 micron de diamètre était de 99,997%.

Etant donné sa capacité très élevée de fixation de saleté (grande durée) et sa capacité d'extraction dans toute la gamme de diamètres particuliers allant de 0,1 à 40 microns, ce type de filtre est particulièrement bien adapté à la constitution de filtre préalable. Par exemple, il peut être utilisé avant un filtre final de valeur nominale absolue utilisé dans les applications délicates telles que la stérilisation des substances introduites par voie parentérale ou l'eau destinée

à la fabrication des dispositifs microélectroniques. Etant donné sa capacité de fixation sur une très large gamme, il peut aussi être utilisé comme filtre préalable, associé à un filtre postérieur plus grossier, par exemple ayant une valeur nominale de 5 ou 10 microns. Il peut aussi être utilisé comme filtre unique, dans de nombreuses autres applications.

#### Exemple 11:

45 *Elément de filtration à diamètre constant de fibre de 1,9 micron, dans la partie fibreuse interne de 50% d'éléments, et avec un diamètre variable de fibre dans la partie externe de 50%, avec une porosité constante dans toute l'épaisseur*

L'élément de filtration de cet exemple a été préparé de la même manière que dans l'exemple 10 et, comme dans ce dernier, la porosité était de 82%, mais l'élément différait de celui de l'exemple 10 en ce que la première moitié initiale en poids de la partie fibreuse de l'élément était constituée de fibres ayant un diamètre constant de 1,9 micron et le reste avait un diamètre variant de 1,9 à 12,6 microns, en progression géométrique. L'élément a été préparé par mise en œuvre du programme indiqué dans le tableau IV qui suit.

Tableau IV

Diamètre des fibres (µm)	Temps intervalle cumulé (s)		Pression de résine (bar)	Pression d'air de fibrage (bar)	Pression d'air du rouleau de mise en forme (bar)
1,9	182	182	21,1	3,52	3,52
2,2	11	193	28,8	3,94	3,45
2,5	9	202	35,1	4,22	3,16
2,9	8	210	43,9	4,22	2,11
3,3	9	219	43,9	3,80	1,90

Tableau IV (suite)

Diamètre des fibres (µm)	Temps intervalle cumulé (s)		Pression de résine (bar)	Pression d'air de fibrage (bar)	Pression d'air du rouleau de mise en forme (bar)
3,7	8	227	43,9	3,16	1,69
4,3	9	236	43,9	2,18	1,48
4,9	8	244	43,9	1,69	1,27
5,6	9	253	43,9	1,34	1,12
6,4	8	261	43,9	0,98	0,98
7,4	9	270	43,9	0,84	0,84
8,4		278	43,9	0,74	0,74
9,6		287	43,9	0,67	0,63
11,0	8	295	43,9	0,53	0,56
12,6	9	304	43,9	0,35	0,49

L'élément résultant avait les mêmes diamètres interne et externe et longueur que dans l'exemple 10. Il avait les propriétés suivantes:

Perte de charge à l'état propre: 0,30 bar, pour un débit de 10 l d'eau/min.

Durée ou capacité de fixation: 36 g jusqu'à une pression différentielle de 4,22 bar.

Rendement de filtration: supérieur à 99% à 0,7 micron (valeur estimée par extrapolation), mesuré à 99,9% à 1,4 micron, à 99,99% à 2,2 microns et à 99,999% à 3 microns.

Etant donné son rendement très élevé à 2,2 microns, cet élément peut avoir une valeur nominale absolue de 2,2 microns, dans presque toutes les applications. Il donne aussi des niveaux très utiles d'extraction de particules aussi fines que 0,7 micron. Ces rendements élevés, couplés à la très forte capacité de fixation de 36 g au cours de l'essai F2 comme décrit précédemment, permet la formation d'un filtre très utile ayant une longue durée d'utilisation.

Il faut aussi noter que, bien que le rendement de cet élément soit inférieure à celui de l'exemple 4, sa durée d'utilisation (capacité de fixation) est plus de 4 fois supérieure et, en fait, est égale à celle d'un filtre de porosité uniforme, ayant un taux nominal d'extraction d'environ 20 microns à un rendement de 99,9%.

Un élément réalisé de manière analogue a été éprouvé par circulation d'une suspension de bactéries *Pseudomonas diminuta*, afin que cet élément de filtration de longue durée et très fin soit mieux caractérisé. Cet organisme a une forme cylindrique, de 0,3 micron de diamètre. Le rendement d'extraction était de 99,997%.

Des éléments préparés de la manière décrite précédemment conviennent bien à la filtration de divers produits, dont la levure et des bactéries doivent être extraites, avec un effluent liquide non seulement dépourvu de levure et de bactéries ou en ayant une quantité fortement réduite, mais aussi ayant une clarté très élevée.

*Exemple 12: Elément de filtration ayant un diamètre constant de fibre de 2,9 microns pour la partie interne de 59% de la masse fibreuse et des diamètres de fibre variant dans la partie externe de 41%, avec une porosité constante de 82% dans toute l'épaisseur*

L'élément de filtration de cet exemple a été préparé de la manière décrite dans l'exemple 10. Cependant, la partie initiale de 59% en poids de la partie fibreuse de l'élément supporté de cet exemple avait des fibres de 2,9 microns de diamètre, le reste variant en progression géométrique de 2,9 à 12,6 microns. L'élément a été préparé par mise en œuvre du programme de travail figurant dans le tableau V qui suit.

Tableau V

Diamètre des fibres (µm)	Temps intervalle cumulé (s)		Pression de résine (bar)	Pression d'air de fibrage (bar)	Pression d'air du rouleau de mise en forme (bar)
2,9	138	138	43,9	4,22	2,11
3,3	8	146	43,9	3,80	1,90
3,7	9	155	43,9	3,16	1,69
4,3	8	163	43,9	2,18	1,48
4,9	9	172	43,9	1,69	1,27
5,6	8	180	43,9	1,34	1,12
6,4	9	189	43,9	0,98	0,98
7,4	8	197	43,9	0,84	0,84
8,4	9	206	43,9	0,74	0,74
9,6	8	214	43,9	0,67	0,63
11,0	9	223	43,9	0,53	0,56
12,6	8	231	43,9	0,35	0,49

L'élément de filtration de cet exemple a été préparé par le procédé décrit dans l'exemple 11, et il avait les mêmes diamètres interne et externe et la même longueur que l'élément de l'exemple 11. Il présentait les propriétés suivantes:

Perte de charge à l'état propre: 0,11 bar pour un débit d'essai de 10 l/min d'eau.

Durée ou capacité de fixation de saleté: 53 g.

Rendement de filtration: 90% à 1,1 micron, 99,9% à 4,6 microns et 99,99% à 5,8 microns.

Des filtres du type de cet exemple ont des applications dans des domaines tels que la filtration des suspensions de particules magnétiques utilisées pour la fabrication des bandes d'enregistrement vidéo et pour le traitement des émulsions de films photographiques.

*Exemple 13: Filtre ayant des diamètres de fibre variant de 8,5 à 12,5 microns*

Un élément de filtration a été préparé, à l'aide d'un procédé analogue à celui de l'exemple 10, mais en commençant avec des fibres de 8,5 microns de diamètre, l'élément ayant les propriétés suivantes:

Durée ou capacité de fixation de saleté: 115 g jusqu'à une perte de charge de 0,042 bar, avec un taux d'extraction de 24 microns. La durée de 115 g jusqu'à 0,042 bar est bien supérieure à celle des filtres les meilleurs disponibles dans le commerce, ayant un taux égal d'extraction, mettant en œuvre une structure à densité variable, contrairement à la porosité sensiblement uniforme et à la densité sensiblement uniforme correspondante de l'élément, pour une structure à diamètre variable ou étagé de fibre.

#### Exemples 14 à 17:

Un certain nombre de filtres ont déjà été décrits dans la littérature afin qu'ils aient une plus grande durée ou une plus grande capa-

cité de fixation de saleté par utilisation de fibres de diamètre uniforme mais avec variation des diamètres des pores, ces diamètres diminuant de l'amont vers l'aval par réduction de la porosité, c'est-à-dire augmentation de la densité de la matière de filtration d'une manière progressive. Les caractéristiques qui peuvent être prévues pour de tels filtres peuvent être déterminées à l'aide des résultats des essais obtenus dans les exemples suivants 14 à 17.

Les éléments de filtration de ce groupe d'exemples ont été réalisés de la même manière générale que dans l'exemple 1. Ils ont tous été préparés avec un diamètre uniforme de fibre de 3,2 microns et une porosité uniforme dans chaque élément. Cependant, la porosité variait d'un élément au suivant, comme indiqué dans le tableau VI qui suit.

Tableau VI

Exemple N°	Pression de résine (bar)	Pression d'air de fibrage (bar)	Pression d'air du rouleau de mise en forme (bar)	Porosité, (%)	Durée (g)	Taux d'extraction, (µm)
14	35,2	2,81	4,22	79,3	7,9	1,7
15	35,2	2,81	3,16	81,2	6,9	1,7
16	35,2	2,81	1,76	83,9	9,6	2,2
17	35,2	2,81	0,70	88,1	10,3	3,8

On peut déduire des résultats qui précèdent que, lorsqu'on doit réaliser un filtre composite, avec une porosité variant de 79 à 88%, sa durée ne peut pas dépasser 10,3 g dans l'essai F2. En outre, son taux d'extraction est compris entre 1,7 et 3,8 microns. Ces caractéristiques, comparées aux résultats des exemples 10 à 12, montrent qu'un élément réalisé avec une porosité constante mais avec des diamètres variables de fibre, a une durée ou capacité de fixation de saleté plus de 4 fois supérieure à rendement égal.

Cette conclusion, qui indique qu'une durée bien supérieure peut être obtenue avec une porosité constante et des diamètres variables de fibre, par rapport à un diamètre constant de fibre et une porosité (ou densité) variable, est aussi confirmée par des résultats analogues, qui ne figurent pas dans le présent mémoire, obtenus avec des diamètres de fibre autres que 3,2 microns.

#### Exemples 18 à 21:

Les mêmes conclusions concernant l'infériorité de la variation de la porosité ou de la densité pour l'obtention d'une structure à pores étagés, par rapport à la variation du diamètre des fibres avec conservation d'une porosité sensiblement uniforme, sont aussi confirmées

par les exemples 18 à 21. Les éléments de filtration des exemples 18 à 20 ont été préparés sur des âmes de 3,3 cm de diamètre externe.

Dans tous les exemples 18, 19 et 20, les fibres déposées entre 3,3 cm et 5,3 cm de diamètre étaient identiques, c'est-à-dire que le diamètre de fibre utilisé était de 3,2 microns. La porosité dans cette partie, pour les trois exemples, était de 83%.

Dans le cas de l'élément de filtration de l'exemple 18, le dépôt des fibres a été interrompu au diamètre de 3,5 cm.

L'élément de filtration de l'exemple 19 a été profilé entre 5,3 et 6,35 cm de diamètre, par variation du diamètre des fibres de 3,2 à 12,5 microns, comme indiqué dans les exemples 11 et 12, avec maintien de la porosité à une valeur constante de 83%.

L'élément de filtration de l'exemple 20 a été profilé entre 5,3 et 6,35 cm de diamètre, par augmentation de la porosité de 83 à 90% et plus, avec maintien du diamètre des fibres à une valeur constante de 3,2 microns.

Comme l'indique le tableau VII qui suit, l'exemple 21 a été préparé de la même manière que l'exemple 20, mais le diamètre des fibres était de 3,6 microns dans toute l'épaisseur.

Les caractéristiques des quatre éléments des exemples 18 à 21 figurent dans le tableau VII qui suit.

Tableau VII

Exemple N°	Diamètre externe de l'élément (cm)	Partie comprise entre 3,3 et 5,3 cm de diamètre	Partie comprise entre 5,3 et 6,35 cm de diamètre	Durée (g)	Taux d'extraction (microns)
18	5,3	Porosité uniforme (83%) Diamètre de fibre 3,2 microns	Interrompue à 5,3 cm de diamètre	8	3,6
19	6,35	Porosité uniforme (83%) Diamètre de fibre 3,2 microns	Diamètre profilé de 3,2 à 12,5 microns avec maintien d'une porosité uniforme	48	2,8
20	6,35	Porosité uniforme (83%) Diamètre de fibre 3,2 microns	Porosité profilée de 83 à 90% avec maintien constant du diamètre des fibres à 3,2 microns	12	2,6
21	6,35	Porosité uniforme (83%) Diamètre de fibre 3,6 microns	Porosité profilée de 83 à 90% avec maintien constant du diamètre des fibres à 3,6 microns	12	4,1

Dans les exemples 19 et 20, des porosités supérieures à 90% n'ont pas été utilisées, car on a considéré que l'élément était trop mou et compressible pour être utile en pratique.

Les résultats du tableau VII et l'interpolation entre les exemples 20 et 21 montrent que ce type d'élément, lorsqu'il est formé avec un diamètre de fibre destiné à donner un taux d'extraction de 2,8 microns, c'est-à-dire égal à celui de l'exemple 19, aurait une capacité de fixation de saleté de 12 g environ seulement, soit le quart environ de celui de l'exemple 19.

#### Exemples 22 à 24:

Les éléments de filtration de ces exemples ont été réalisés d'une manière analogue à celle de l'exemple 12 mais les diamètres initiaux des fibres variaient de 3,2 à 4,8 microns, au lieu de 2,9 microns dans le cas de l'exemple 12. Les structures résultantes avaient une porosité de 82% et leurs caractéristiques figurent dans le tableau VIII qui suit.

Tableau VIII

Exemple N°	Diamètre initial des fibres (μm)	Durée (g)	Taux d'extraction (μm)
22	3,2	52	9
23	4,0	67	12
24	4,8	63	14

#### Exemples 25 à 28:

Série d'éléments de filtration indiquant l'effet de la variation de la porosité

On a préparé une série d'éléments de filtration de 6,35 cm de diamètre externe, 2,79 cm de diamètre interne et 24,9 cm de longueur, dans des conditions donnant des fibres de 2,2 microns. La porosité a

varié de 72,1 à 91,8%, par variation du débit de pulvérisation d'eau et de la pression du rouleau de mise en forme.

Les propriétés des filtres résultants figurent dans le tableau IX qui suit.

Tableau IX

Exemple N°	Porosité (%)	Durée (g)	Taux d'extraction (μm), pour rendement de 99,99%
25	72,1	4,6	0,5
26	80,6	5,6	1,4
27	87,3	6,2	3,0
28	91,8	10,9	4,6

La capacité de fixation de saleté des exemples 25 à 28 a été portée en ordonnées en fonction du taux d'extraction à 99,99% en abscisses et une courbe a été tracée par les quatre points expérimentaux. On note sur cette courbe que la capacité de fixation de saleté d'un filtre réalisé comme décrit dans les exemples 25 à 28 avec un rendement de 99,99% à 2,2 microns serait de 5,9 g. Cela diffère notablement de la capacité de fixation de l'élément de filtration de l'exemple 11 qui avait un rendement de 99,99% à 2,2 microns mais une capacité de fixation de 36 g, soit 6 fois supérieure.

#### Exemples 29 à 34:

Série d'éléments de filtration représentant l'effet de la variation de la porosité ou de la densité

On a préparé une série d'éléments de filtration analogues à ceux des exemples 25 à 28 à l'aide de fibres ayant 12,5 microns de diamètre et avec des porosités variant entre 63,6 et 89,8%.

Les caractéristiques des éléments figurent dans le tableau X qui suit.

Tableau X

Exemple N°	Porosité (%)	Durée (g)	Taux d'extraction (μm) pour rendement de 99,9%	
29	63,6	12	14	20
30	69,7	32	18	23
31	74,6	55	25	—
32	80,6	79	38	48
33	85,8	76	53	—
34	89,8	(1)	(2)	—
(1) 105 g pour une pression différentielle de 1,05 bar				
(2) Rendement de 90% à 68 microns.				

Lors de la comparaison des éléments précédents à des éléments de rendement égal préparés par le procédé selon l'invention, la durée est bien supérieure dans le cas des éléments selon l'invention. Par exemple, l'élément de l'exemple 29 peut être comparé à celui de l'exemple 13, tous deux étant testés avec une suspension de perles de verre dans le fluide hydraulique MIL-H-5606. Ils avaient pratiquement des taux identiques d'extraction de 14 et 15 microns respectivement à un rendement de 99,9%. Cependant, la capacité de fixation était de 42 g dans l'exemple 13 contre 12 g seulement dans l'exemple 29 (jusqu'à une perte de charge de 4,2 bar).

#### Exemples 35 à 37:

Ce groupe d'exemples permet la comparaison des pressions d'écrasement ou affaissement d'un élément de filtration formé avec liaisons entre fibres, obtenu par utilisation de fibres fondues ou ramollies (exemple 35) avec des éléments de filtration réalisés à l'aide de fibres pratiquement dépourvues de ce type de liaisons mutuelles (exemples 36 et 37).

L'exemple 35 est un échantillon acheté du filtre de marque «Hytrex» disponible dans le commerce auprès de Osmonics, Inc., formé de fibres de polypropylène et qui se caractérise par la présence d'une très forte liaison entre les fibres. A l'examen, on note que la liaison est due à l'adhérence de fibres ramollies ou fondues qui forment une masse cohérente. L'exemple 35 n'a pas de noyau interne de support. Les exemples 36 et 37 ont été préparés par le procédé selon l'invention, sans noyau de support. Les pressions d'affaissement ont été déterminées par enroulement individuel de l'extérieur de chacun des éléments d'un mince film de matière plastique imperméable à l'eau, par fermeture étanche des extrémités de l'élément, puis par application d'une pression à l'extérieur de l'élément, à l'aide d'eau, dans un boîtier transparent, de manière que la défaillance de l'élément puisse être observée.

Les dimensions, taux, porosités et pressions d'affaissement pour les différents éléments sont les suivants:

Exemple 35: élément «Hytrex» de 20 microns, 7 cm de diamètre externe, 3,5 cm de diamètre interne, 25,4 cm de longueur, porosité moyenne 76,7%, pression d'affaissement 5,63 bar.

Exemple 36: élément de valeur nominale 20 microns, réalisé par le procédé selon l'invention, diamètre externe 7 cm, diamètre interne 3,5 cm, longueur 25,4 cm, sans âme de support, porosité 75%, pression d'écrasement 1,13 bar.

Exemple 37: l'élément de cet exemple est analogue à celui de l'exemple 36, mis à part la porosité qui est de 81,5%. Pression d'écrasement 0,35 bar.

Les pressions d'écrasement bien inférieures des éléments selon l'invention sont dues à l'absence pratiquement totale de liaisons entre les fibres. Inversement, l'élément «Hytrex» était suffisamment renforcé par les liaisons mutuelles entre fibres pour avoir une résistance lui permettant de supporter une pression différentielle de 5,63 bar.

#### Exemples 38 et 39:

De la résine de nylon 6 a été transmise au même appareil et traitée suivant le même procédé que décrit précédemment pour le polypropylène. Les conditions de fonctionnement et propriétés des éléments obtenus (au cours de l'essai F2) sont décrites dans la suite.

	Exemple 38	Exemple 39
Température de résine (degrés C)	417	417
Pression de résine (bar)	21	21
Pression d'air de fibrage (bar)	2,8	0,84
Diamètre des fibres (µm)	2,3	4,0
Porosité (%)	80,5	74,9
Taux d'extraction (µm)	5,0	6,1

	Exemple 38	Exemple 39
Durée (g)	12,2	10,2

#### Exemple 40:

Les éléments de filtration préparés selon l'invention de la même manière que pour les éléments de polypropylène décrits précédemment ont été réalisés avec du polyméthylpentène. Les propriétés et caractéristiques des produits sont très analogues à celles qui sont obtenues avec le polypropylène.

#### Exemple 41:

Un élément de filtration réalisé comme décrit dans l'exemple 25 a été testé par circulation d'un litre d'une suspension de *Pseudomonas diminuta* (Ps. d.) qui est une bactérie de 0,3 micron, dans de l'eau. L'effluent a été analysé afin que sa teneur en cette bactérie soit déterminée. Alors que le nombre total de bactéries du courant reçu était de  $2,3 \cdot 10^{12}$ , on a constaté que l'effluent en contenait  $1,6 \cdot 10^5$ , indiquant une réduction d'un facteur égal à  $1,4 \cdot 10^7$ . Cela correspond à un rendement de 99,99999%.

#### Exemple 42:

On a réalisé deux éléments de filtration (42A et 42B) comme décrit de façon générale dans l'exemple 11, mais la partie interne de 50% de ces éléments était formée de fibres de 1,7 micron de diamètre et la partie externe de 50% a été profilée jusqu'à un diamètre de fibre de 12,5 microns. On a essayé les deux filtres avec la bactérie Ps. d. de la manière décrite dans l'exemple 41 et, en outre, on les a restérilisés et ressuyés à l'aide de *Serratia marcescens* (Serr. m.) constituant l'organisme d'épreuve. Les résultats figurent dans le tableau XI qui suit.

Tableau XI

Exemple N°	Amont		Aval		Rendement	
	Ps. d.	Serr. m.	Ps. d.	Serr. m.	Ps. d.	Serr. m.
42A	$1,2 \times 10^{12}$	$4,8 \times 10^{10}$	$4,5 \times 10^9$	$1,1 \times 10^7$	99,6	99,98
42B	$1,2 \times 10^{12}$	$4,8 \times 10^{10}$	$4,3 \times 10^8$	$6,9 \times 10^5$	99,96	99,999

#### Exemple 43:

On répète le procédé de l'exemple 10, mais la variation du débit de résine, du débit d'air de fibrage et de la pression du rouleau de mise en forme est continue et non pas étagée, donnant un élément de filtration dont la structure a un diamètre de fibre variant de façon continue, c'est-à-dire une structure profilée de façon continue, les caractéristiques étant comparables à celles de l'élément de filtration de l'exemple 10.

#### Exemple 44:

Des éléments de filtration sont préparés selon l'invention et comme pour les éléments de polypropylène décrits précédemment, mais la résine utilisée est le téréphtalate de polybutylène. Les propriétés et caractéristiques des produits sont analogues à celles des produits formés avec le polypropylène. Cependant, étant donné la température plus élevée de fusion du téréphtalate de polybutylène et sa résistance aux hydrocarbures, les éléments de filtration préparés avec le polymère sont utiles à des températures plus élevées et dans des applications dans lesquelles ils sont au contact d'hydrocarbures qui pourraient provoquer un gonflement des fibres de polypropylène.

#### Exemple 45:

##### Compressibilité relative d'éléments à fibres grossières et fines

On a préparé des éléments de filtration ayant un diamètre de fibre pratiquement uniforme dans toute l'épaisseur comme décrit dans l'exemple 1, mais ne différant que par le diamètre des fibres. Des échantillons ont été découpés dans la partie fibreuse de chaque

élément de filtration, perpendiculairement à l'axe longitudinal de l'élément, à l'aide d'un outil ressemblant à un perce-bouchon de laboratoire ayant un diamètre interne de 1,473 cm, avec formation d'un échantillon de forme générale cylindrique d'environ 1,52 cm de longueur et 1,47 cm de diamètre.

Des pressions mesurées de 0,7, 1,4, 4,22, 6,33 et 8,44 bar ont été appliquées individuellement et successivement aux extrémités de chacun des cylindres, l'épaisseur des cylindres, au niveau de la force appliquée, étant mesurée simultanément.

Trois éléments ayant des diamètres de fibre de 2,0, 6,8 et 12 microns ont été essayés individuellement de cette manière. La réduction d'épaisseur de chaque élément, portée en fonction de la force appliquée, était très semblable pour les trois diamètres de fibre.

#### Exemple 46:

##### Ecrasement d'un élément de filtration lorsqu'il est utilisé dans des fluides très visqueux avec des débits élevés

On a préparé deux éléments de filtration 46A et 46B par des procédés identiques à celui de l'exemple 24, mis à part la porosité moyenne qui était plus faible de 2% (80% au lieu de 82%). L'élément 46A a été éprouvé dans l'essai F2 décrit précédemment avec un débit de 10 l/min d'eau. Le taux d'extraction était de 11,2 microns et la capacité de fixation de saleté de 53 g. La perte de charge à l'état propre, avant l'essai, était de 0,05 bar à température ambiante de 65,67 à 3,89° C.

On a placé l'élément 46B dans le montage d'essai F2 mettant en œuvre du fluide hydraulique MIL-H-5606 à 37,8° C. A cette température, la viscosité de ce fluide est de 12,7 centipoises, soit 12,7 fois



celle de l'eau. Aucune impureté n'a été ajoutée dans le système, et du fluide a circulé dans l'élément avec les débits indiqués dans le tableau XII qui suit.

Tableau XII

Débit de MIL-H-5606 (l/min)	Perte de charge (bar)
1	0,09
4	0,77
7	1,79
10	3,27
13	la cartouche est défectueuse, étant donné que l'affaissement du noyau a lieu à 5,63 bar environ

La perte de charge présentée par les éléments de filtration selon l'invention est proportionnelle au débit et à la viscosité. D'après la perte de charge pour un débit d'eau de 10 l/min de 0,05 bar, les pertes de charge calculées pour le fluide MIL-H-5606 sont de 0,56 bar pour 10 l/min (la valeur mesurée étant de 3,27 bar) et d'environ 0,77 bar à 13 l/min (contre une valeur mesurée de 5,62 bar).

Les pertes de charge bien supérieures obtenues lors de l'utilisation du fluide visqueux sont dues à la compression de la matière du filtre. Cet exemple montre que l'utilisation de porosités excessivement élevées n'est pas souhaitable dans les applications dans lesquelles un débit élevé de fluide visqueux, avec une perte de charge élevée, est utilisé surtout pour les éléments de filtration ayant de petits diamètres de fibre.

#### Exemple 47:

*Elément de filtration dont la partie interne correspondant aux deux tiers a une porosité de 74% et dont la partie externe correspondant à un tiers est profilée, le diamètre de fibre atteignant 12,5 microns, pour une porosité aussi égale à 74%*

Un élément de filtration est préparé suivant le procédé général de l'exemple 11, modifié de la manière suivante.

La partie initiale de 67% en poids de la masse fibreuse de l'élément est formée de fibres de 1,6 micron de diamètre préparées avec une pulvérisation d'eau de refroidissement, la pression d'air du rouleau de mise en forme étant réglée afin que la porosité soit égale à 74%. Les 33% en poids de la masse fibreuse, à l'extérieur de l'élément, sont appliqués aussi avec une pulvérisation d'eau de refroidissement, mais avec réglage du débit de résine, de la pression d'air de fibrage et de la pression du rouleau de mise en forme, de manière que le diamètre des fibres soit modifié de manière continue de 1,6 à 12,5 microns avec maintien d'une porosité uniforme de 74%. L'élément résultant de filtration avait une réduction de titre dépassant 10<sup>7</sup> (rendement de 99,99999%) au cours d'un essai effectué avec des organismes *Pseudomonas diminuta* de 0,3 micron de diamètre, et il

avait une capacité de fixation de saleté bien supérieure à celle d'un élément cylindrique analogue de filtration dont 100% du poids de la masse fibreuse étaient formés de fibres de 1,6 micron, avec une porosité de 74%.

#### Exemple 48:

*Elément de filtration dont les deux tiers internes ont une porosité de 74% et le tiers externe a une porosité et un diamètre de fibre variant tous deux, jusqu'à 12,5 microns et 85% respectivement*

On prépare un élément de filtration à l'aide du procédé général de l'exemple 47, mais modifié de la manière suivante.

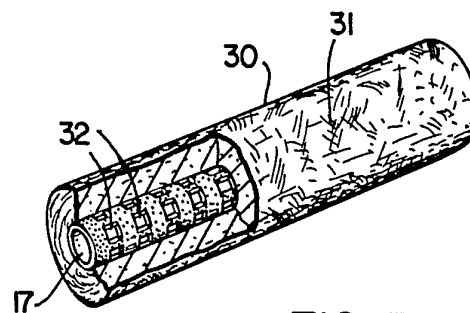
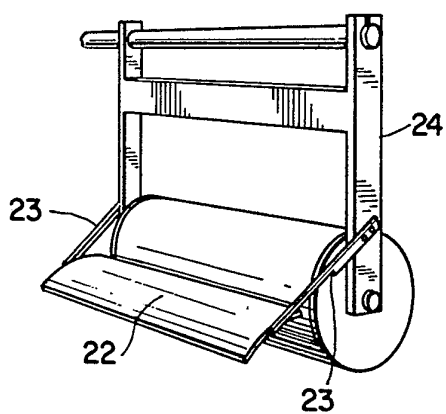
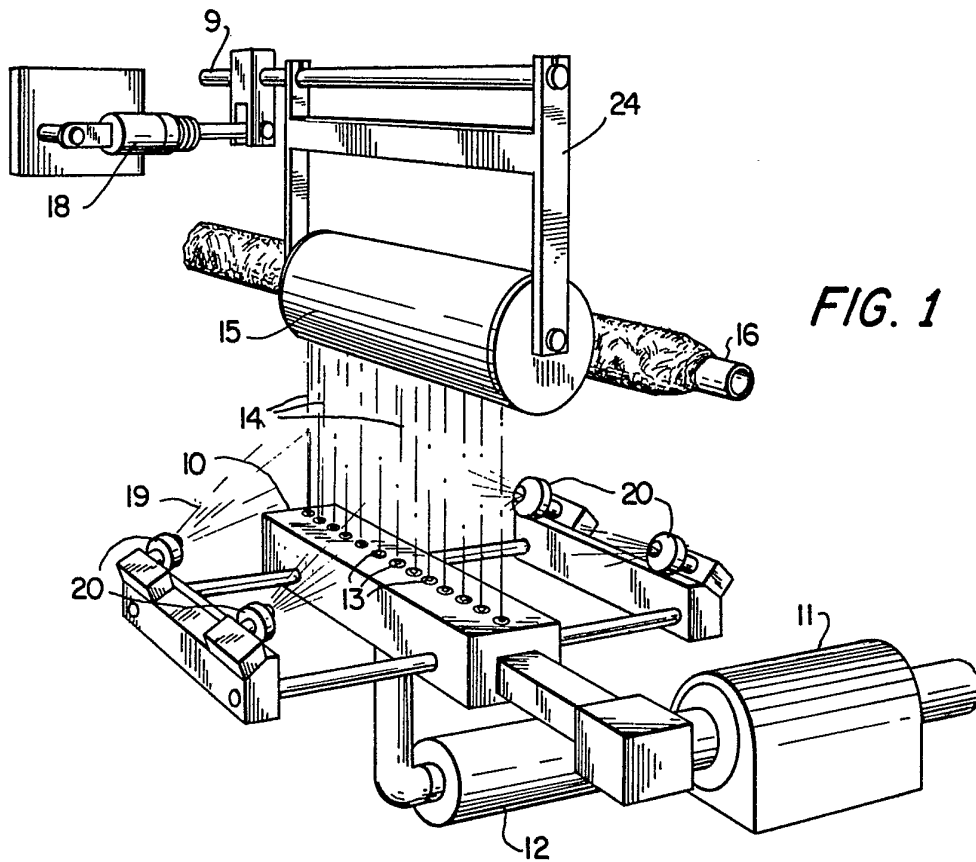
Les 33% en poids de l'extérieur de la masse fibreuse de l'élément sont appliqués aussi avec une pulvérisation d'eau de refroidissement, avec réglage du débit de résine, de la pression d'air de fibrage et de la pression du rouleau de mise en forme, de manière que le diamètre des fibres et la porosité varient simultanément, de manière continue tous deux. Le diamètre des fibres varie de 1,6 à 12,5 microns, au niveau du diamètre externe, et la porosité varie de 74 à 85%.

L'élément résultant de filtration, testé à l'aide de la bactérie *Pseudomonas diminuta* pour son rendement, avait un rendement pratiquement égal à celui de l'élément de l'exemple 47, mais avec une capacité de fixation de saleté supérieure.

Les structures cylindriques fibreuses selon l'invention sont utiles dans diverses applications de filtration. Les éléments de filtration selon l'invention combinent une longue durée, c'est-à-dire une plus grande capacité de fixation de saleté, pour un rendement égal, ou un meilleur rendement pour une durée égale ou à la fois un meilleur rendement et une plus grande capacité de fixation de saleté, en comparaison des filtres cylindriques en profondeur de type fibreux actuellement disponibles dans le commerce. La combinaison d'une grande capacité de fixation de saleté (longue durée) et de capacités d'extraction sur une large gamme de diamètres particuliers rend particulièrement utiles les éléments de filtration selon l'invention sous forme de filtres préalables, par exemple avant un filtre final absolu, utilisé dans des applications délicates telles que la stérilisation des substances administrées de manière parentérale ou pour la préparation d'eau destinée à la fabrication des dispositifs micro-électroniques.

Des éléments de filtration selon l'invention conviennent aussi bien à la filtration de divers produits, lorsque de la levure et des bactéries doivent en être retirés, avec formation d'un effluent liquide non seulement dépourvu de levure et de bactéries ou en contenant très peu, mais aussi ayant une clarté élevée. Les éléments de filtration selon l'invention peuvent aussi être utilisés lorsqu'une réduction élevée du titre, couplée à des capacités élevées de fixation de saleté, sont nécessaires à l'extraction des bactéries.

En plus de leur utilisation principale comme filtre en profondeur, ayant une efficacité élevée et une longue durée d'utilisation, les structures cylindriques fibreuses selon l'invention sont utiles comme dispositifs de coalescence et dans les applications d'isolation.



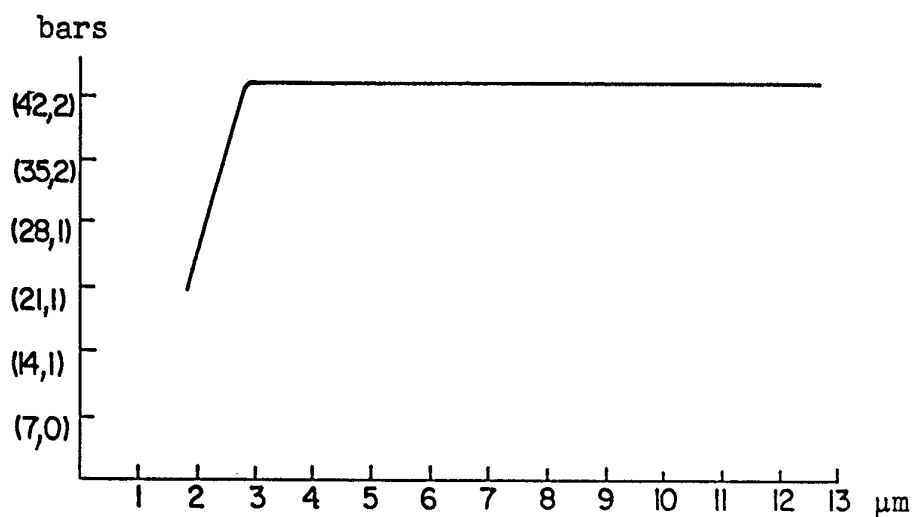


FIG. 4

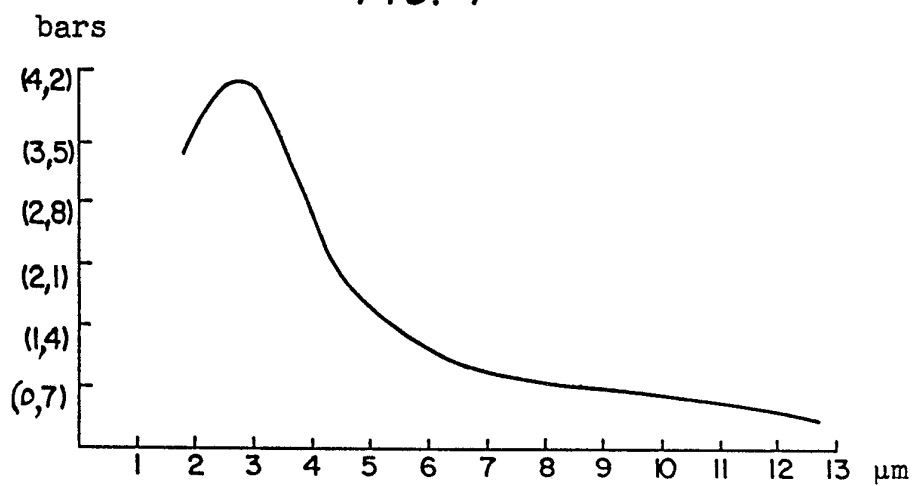


FIG. 5

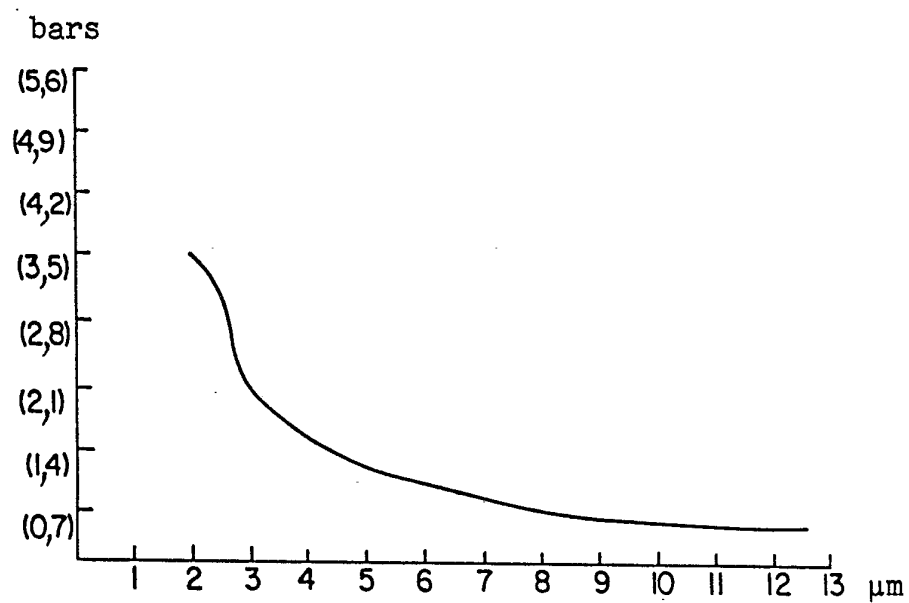


FIG. 6

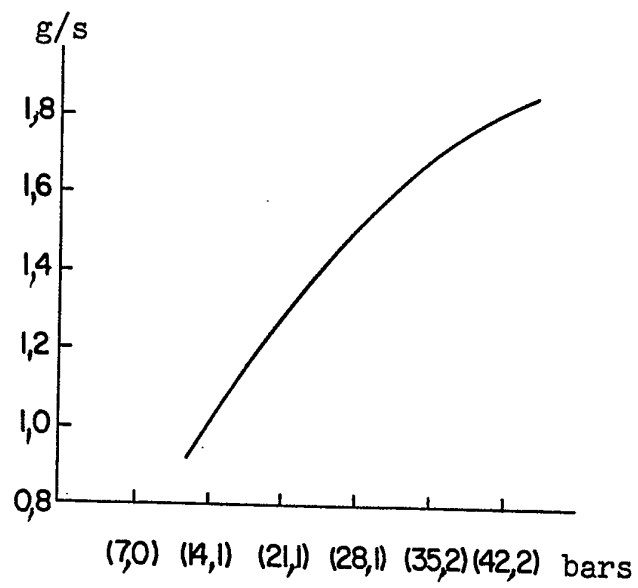


FIG. 7

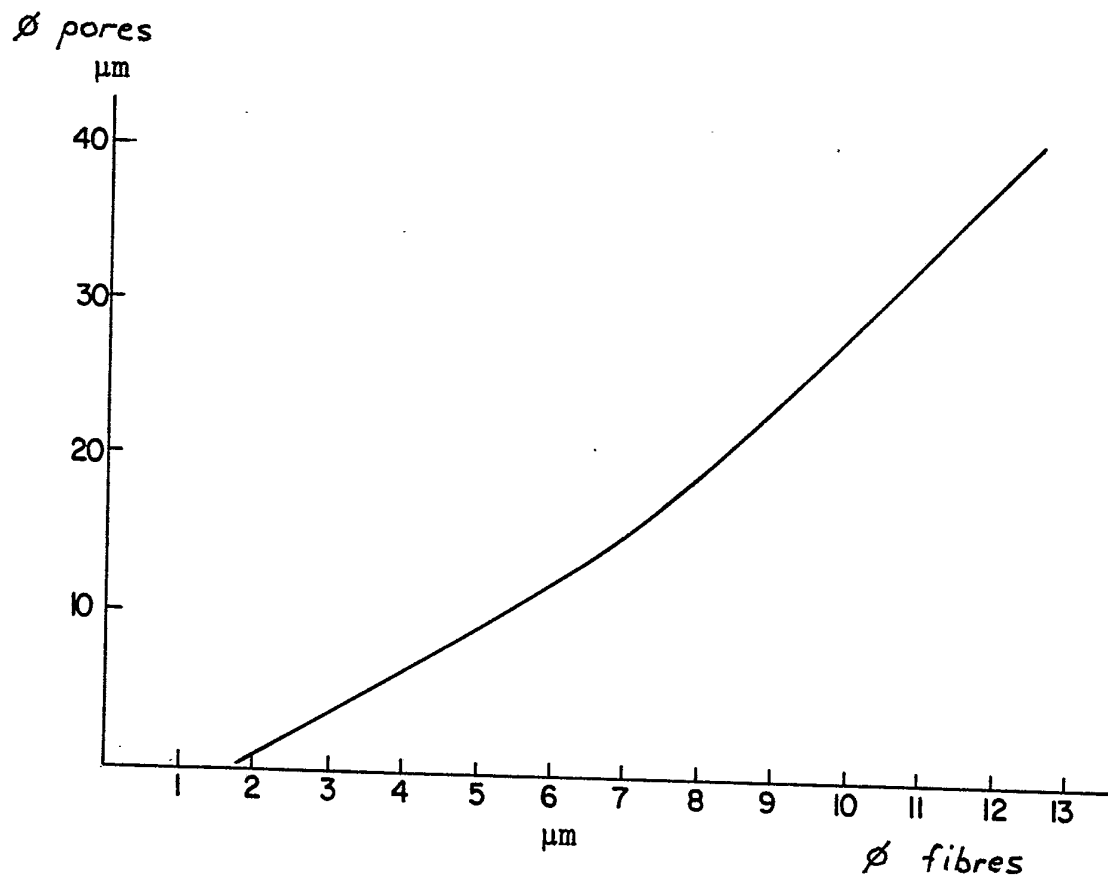


FIG. 8