

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21) **N° 73 34827**

(54) Procédé de fabrication de supports de filtres poreux.

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). B 01 D 35/00, 59/12; C 04 B 21/00, 31/02, 41/04.

(22) Date de dépôt 28 septembre 1973, à 15 h 24 mn.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — « Listes » n° 9 du 28-2-1981.

(71) Déposant : COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, résidant en France.

(72) Invention de :

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Société Brevatome,
25, rue de Ponthieu, 75008 Paris.

La présente invention due à la collaboration de Messieurs Alain AURIOL et Paul TRITTEN de CERAVIER se rapporte à un procédé de fabrication de supports de filtres microporeux à perméabilité élevée et, en particulier, aux supports de filtres de forme tubulaire dont on se sert pour fabriquer des filtres ou barrières poreuses utilisés dans la séparation de certains isotopes, elle se rapporte également aux supports de filtres ainsi obtenus.

Les filtres sont constitués chacun par une couche microporeuse ayant des pores d'un diamètre de l'ordre de 0,01 micron et un support macroporeux ayant un diamètre de pores de l'ordre de quelques microns, ces deux constituants étant liés fortement l'un à l'autre.

Si l'on veut améliorer la qualité des supports c'est-à-dire augmenter leur perméabilité sans accroître le diamètre des pores de la couche microporeuse et sans diminuer l'épaisseur des supports macroporeux, ce qui se traduirait par une perte de rigidité préjudiciable à la qualité des filtres, il est clair qu'il faut chercher à augmenter le diamètre des pores des supports, ceci constitue précisément le but principal de la présente invention.

L'invention a pour objet un procédé de fabrication de supports de filtres essentiellement caractérisé par le fait que l'on place un support rigide macroporeux ayant des diamètres de pores d'environ 15 à 20 microns en contact d'un liquide de premier engobage contenant en suspension une poudre minérale constituée d'agglomérats de diamètre compris entre 10 et 30 microns, on sèche la couche ainsi déposée en la chauffant à environ 100°C, on la brosse de façon à éliminer les grains de poudre n'ayant pas pénétré à l'intérieur des pores, on place les supports ainsi traités au contact d'un liquide de second engobage contenant en suspension une poudre minérale ayant un diamètre de grains compris entre 1 et 8 microns, et l'on soumet le produit obtenu à une cuisson à environ 1500°C.

Grâce à ce procédé, on obtient des supports dont la perméabilité est de beaucoup plus grande que celle obtenue au moyen d'un engobage simple pour un même rayon de pores du support macroporeux.

L'alumine constituant la première engobe pénètre peu dans les pores du support macroporeux en raison de la dimension relativement grande des agglomérats qui la constituent.

La première engobe empêche la pénétration de la deuxième engobe, il est donc possible d'utiliser des supports macroporeux de rayon de pores plus élevé que ceux que l'on utilise dans les procédés connus.

Même si une partie de la première engobe pénètre à l'intérieur des pores des supports macroporeux, elle n'entraîne qu'une faible réduction de la perméabilité des ultrafiltres car les agglomérats d'alumine sont de faible densité et n'occupent qu'un faible volume après frittage.

L'invention est illustrée par les exemples de réalisation non limitatifs suivants qui comprennent essentiellement trois opérations.

Exemple I :

I. - Réalisation d'un tube poreux

On prépare une pâte constituée d'un mélange de 75 % d'alumine électrofondue ayant une dimension moyenne de grains de 35 microns et de 25 % d'alumine Alcoa de surface spécifique d'environ $1\text{m}^2/\text{g}$ que l'on ajoute à un mélange de 10 à 15 % de pétrolatum et de 10 à 15 % d'un gel de Modocol à 10 %.

Ces quantités sont exprimées en pourcentage pondéral par rapport à l'alumine sèche.

La pâte ainsi préparée est extrudée sous une pression de 100 bars sous forme de tubes d'une longueur de 1 mètre, d'un diamètre de 1 à 2 cm et d'une épaisseur de 1 à 2 mm.

On sèche ensuite les tubes de façon à en éliminer les liants organiques et on les cuit en atmosphère réductrice à 1750°C ; la perméabilité obtenue est de $180.000.10^{-7} \text{ M/cm}^2/\text{mn/cm}$ de Hg.

II. - Premier engobage

On effectue le premier engobage en utilisant une suspension aqueuse contenant 9,5 % en poids d'alumine Baikowski 5 A0 du commerce. On obtient une bonne dispersion en soumettant 800 g de cette suspension à un brassage à raison de 60 t/mn pendant 15 heures dans une bouteille en polyéthylène de 200 mm de diamètre et de 400 mm de longueur avec une charge de 4 kg de billes en céramique de 20 mm de diamètre.

L'opération d'engobage consiste à faire monter sous pression et descendre la suspension dans le tube posé en position verticale sur un ajutage étanche relié à la cuve contenant la suspension. Cette opération dure 4 à 5 secondes.

- 5 Après séchage, l'intérieur du tube est brossé, le tube étant en rotation, pour éliminer toute l'alumine en surépaisseur.

III - Deuxième engobage

- 10 Le deuxième engobage est effectué au moyen d'une suspension préparée par mélange de 100 ml d'une barbotine A définie ci-dessous, de 130 g de pétrolatum et de 400 g d'essence de térébenthine.

La barbotine A est constituée :

- 15 d'une alumine Baikowski 5 AO du commerce, calcinée à 1450°C présentant une surface spécifique de l'ordre de $1\text{m}^2/\text{g}$ et une granulométrie répartie entre 1 et 5 microns.
 de 7,5 % du poids d'alumine sèche de sucre ;
 de 0,83 % " " " d'alcool benzylique ;
 de 0,26 % " " " de sulforicinate d'ammonium ;
 de 41 % " " " de colophane blonde ;
 20 de 37,5 % " " " d'huile de lin ;
 de 112 % " " " d'essence de térébenthine.

- 25 On obtient une bonne dispersion de l'alumine en soumettant une quantité de barbotine A correspondant à 800 g d'alumine à un brassage à raison de 60 t/mn pendant 60 heures dans une bouteille en polyéthylène de 200 mm de diamètre et 400mm de longueur, avec une charge de 4 kg de billes/céramique ^{en} de 20 mm de diamètre.

- 30 L'opération d'engobage est effectuée comme indiqué ci-dessus. On sèche le tube et on lui fait subir une cuisson en atmosphère oxydante à 1500 C. Sa perméabilité est de l'ordre de 60 000 à 80 000 unités de perméabilité. On précise que une unité de perméabilité équivaut à $10^{-7} \text{ M/cm}^2/\text{mn/cm de Hg}$, M étant une moléculegramme de gaz diffusant. Le diamètre des pores de la couche interne est de l'ordre de 1 micron. Son épaisseur est de 20 à 30
 35 microns

Exemple II :

I - Réalisation d'un tube poreux

inchangé par rapport à l'exemple I.

II - Premier engobage :

inchangé par rapport à l'exemple I.

III - Deuxième engobage

Il est effectué au moyen d'une suspension préparée par mélange de 100 m³ d'une barbotine B définie ci-dessous, de 120 g de pétrolatum, de 10 g de lécithine de soja et de 407,3 g d'essence de térébenthine.

La barbotine B est constituée :

- d'une alumine électrofondue de la Société française d'Electro-Métallurgie SR 900 du commerce, dont la dimension moyenne de grains est de 6 à 7 microns,
- de 20 % du poids de SR 900, d'alumine Baikowski 5 A0 calcinée à 1450°C,
- de 0,85 % du poids de SR 900 de lécithine de soja,
- 15 - de 56,3 % " " d'essence de térébenthine
- de 45 % " " de colophane blonde
- de 37,2 % " " d'huile de lin.

Pour obtenir une bonne dispersion de l'alumine, on soumet d'abord le mélange constitué par 600 g de SR 900 et par les quantités correspondant aux proportions données ci-dessus d'alumine calcinée, de lécithine de soja et d'essence de térébenthine à un brassage de 30 h à raison de 30 t/mn dans une bouteille en polyéthylène de 200 mm de diamètre et 400 mm de longueur avec une charge de 4 kg de billes^{en} céramique de 20 mm de diamètre ; on soumet ensuite la barbotine B complète, après ajout des quantités correspondantes de colophane blonde et d'huile de lin, à un nouveau brassage de 30 h dans le même récipient et dans les mêmes conditions.

L'opération d'engobage est effectuée comme indiqué dans l'exemple I. On sèche le tube et on lui fait subir une cuisson en atmosphère oxydante à 1600°C. Sa perméabilité est de l'ordre de 60 000 à 80 000 unités de perméabilité. Le diamètre des pores de la couche interne est de l'ordre de 1,6 à 2 µ. Son épaisseur est de 30 à 40 microns.

R E V E N D I C A T I O N S

1. Procédé de fabrication de supports de filtres, essentiellement caractérisé par le fait que l'on place des supports rigides macroporeux ayant des diamètres de pores d'environ 15 à 20 microns en contact d'un liquide de premier engobage contenant
5 en suspension une poudre minérale constituée d'agglomérats de diamètre compris entre 10 et 30 microns, on sèche la couche ainsi déposée en la chauffant à environ 100°C, on la brosse de façon à éliminer les grains de poudre n'ayant pas pénétré à l'intérieur des pores, on place les supports ainsi traités au contact d'un
10 liquide de second engobage contenant en suspension une poudre minérale ayant un diamètre de grains compris entre 1 et 8 microns, et l'on soumet les produits obtenus à une cuisson à environ 1500°C.

2. Procédé de fabrication de supports de filtres selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on effectue le
15 premier engobage avec une suspension aqueuse contenant 9,5 % d'alumine.

3. Procédé de fabrication de supports de filtres selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on effectue le deuxième engobage avec une barbotine à base d'alumine et d'un
20 liant organique.

4. Les supports de filtres obtenus par un procédé analogue au procédé selon les revendications précédentes.