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

(19) Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle
Bureau international

PCT

(43) Date de la publication internationale
13 avril 2006 (13.04.2006)

(10) Numéro de publication internationale
WO 2006/037877 A1

(51) Classification internationale des brevets :
B01D 11/04 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2005/002414

(22) Date de dépôt international :
30 septembre 2005 (30.09.2005)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
0410439 4 octobre 2004 (04.10.2004) FR

(71) Déposants *(pour tous les États désignés sauf US)* : **CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE** [FR/FR]; Délégation aux Entreprises, 3, rue Michel Ange, F-75794 Paris Cedex (FR). **RHODIA CHIMIE** [FR/FR]; 26, quai Alphonse le Gallo, F-92512 BOULOGNE-BILLANCOURT (FR).

(72) Inventeurs; et

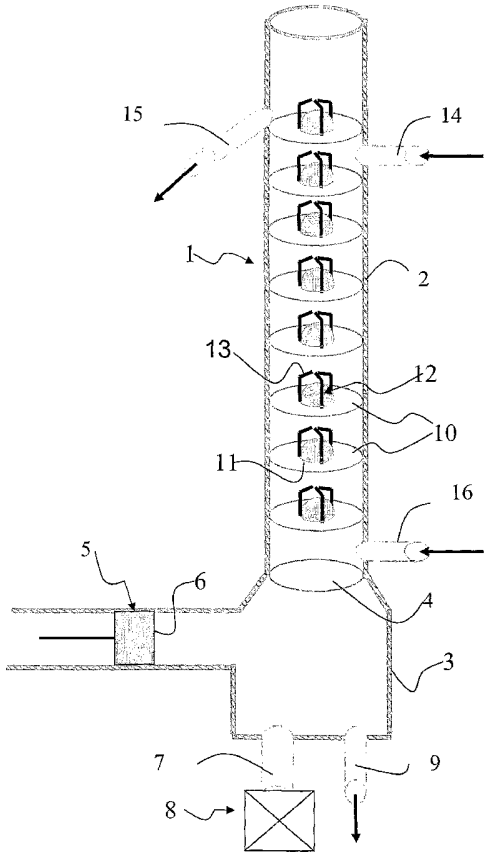
(75) Inventeurs/Déposants *(pour US seulement)* : **CARVIN, Philippe** [FR/FR]; 32, rue des soeurs Bouvier, F-69005 LYON (FR). **PRAT, Laurent** [FR/FR]; 12 chemin de la Pescadoure, F-31200 Toulouse (FR). **CASAMATTA, Gilbert** [FR/FR]; 20 impasse Varsovie, F-31300 Toulouse (FR). **POLLINI, Lucien** [FR/FR]; 222 Route de Toulouse,

[Suite sur la page suivante]

WO 2006/037877 A1

(54) **Title:** PULSED COLUMN FOR SOLID/LIQUID SYSTEM

(54) **Titre :** COLONNE PULSEE POUR SYSTEME SOLIDE/LIQUIDE



(57) Abstract: The invention concerns a pulsed column for treating a system comprising a liquid phase and a solid phase. More particularly, the invention concerns a column for controlling and adjusting the retention time of the solid phase in the column independently of the retention time and flow rate of the liquid phase. Said column comprises means for applying low-amplitude and high-frequency pulses. The plates comprise an orifice for circulating all the phases between the stages or volumes of the column. Said orifices include closure means actuated into open position during the application of high-amplitude pulses. The inventive column enables the retention time of the solid phase to be controlled independently of the liquid phase retention time.

(57) Abrégé : L'invention concerne une colonne puisée permettant de réaliser un traitement d'un système comprenant une phase liquide et une phase solide. Elle concerne plus particulièrement une colonne puisée permettant de contrôler et régler le temps de séjour de la phase solide dans la colonne indépendamment du temps de séjour et du débit de la phase liquide. Cette colonne comprend des moyens d'application d'impulsions d'amplitude faible et de fréquence élevée et des moyens d'application de pulsions d'amplitude forte et de fréquence élevée. Les plateaux comprennent un orifice pour permettre la circulation de l'ensemble des phases entre les étages ou volumes de la colonne. Ces orifices comprennent des moyens d'obturation actionnés en position ouverte pendant l'application des impulsions de forte amplitude, la colonne de l'invention permet de contrôler le temps de séjour de la phase solide inL' invention concerne une colonne puisée permettant de réaliser un traitement d'un système comprenant une phase liquide et une phase solide. Elle concerne plus particulièrement une colonne puisée permettant de contrôler et régler le temps de séjour de la phase solide dans 1 colonne indépendamment du temps de séjour et du débit de la phase liquide. Cette colonne comprend des moyens d'application de pulsions d'amplitude faible et de fréquence élevé et des moyens d'application de pulsions

[Suite sur la page suivante]

F-31410 NOE (FR). **DUNGLAS, Franck** [FR/FR]; 4 impasse St Germier Bt 2, F-31270 Frouzins (FR). **BRUNET, Léna** [FR/FR]; 10 Rue des Blanchers, F-31000 Toulouse (FR).

(74) Mandataire : ESSON, Jean-Pierre; Rhodia Services, Direction de la Propriété Industrielle, Centre de Recherches de Lyon B.P. 62, F-69192 SAINT-FONS CEDEX (FR).

(81) États désignés *(sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible)* **:** AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés *(sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible)* **:** ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

— *avec rapport de recherche internationale*

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

d'amplitude forte et de fréquence élevée. Les plateaux comprennent un orifice pour permettre la circulât ion de l'ensemble des phases entre les étages ou volumes de la colonne. Ces orifices comprennent des moyens d'obturation actionnés en position ouverte pendant l'application des impulsions de forte amplitude. La colonne de l'invention permet de contrôler le temps de séjour de la phase solide indépendamment du temps de séjour de la phase liquide.

Colonne pulsée pour système Solide/Liquide

L'invention concerne une colonne pulsée permettant de réaliser un traitement d'un système comprenant une phase liquide et une phase solide.

Elle concerne plus particulièrement une colonne pulsée permettant de contrôler et régler le temps de séjour de la phase solide dans la colonne indépendamment du temps de séjour et du débit de la phase liquide.

Les colonnes pulsées sont souvent utilisées pour réaliser un échange intime entre une phase solide et une phase liquide. Cet échange intervient lors du mouvement des phases dans la colonne. Les pulsations appliquées sur le milieu contenu dans la colonne permettent d'améliorer cet échange en maintenant les phases dispersées et en augmentant le temps de séjour de la phase solide dans la colonne.

Il a déjà été proposé des colonnes pulsées pour réaliser de tels échanges. Ainsi, le brevet Ep 46 2897 décrit une colonne pulsée à garnissage comprenant un empilement de paniers et de plateaux horizontaux en forme de couronnes. Le milieu contenant le liquide et le solide se trouvant dans un panier est maintenu en agitation par application d'une première pulsation de faible énergie et fréquence élevée. Une seconde pulsation d'énergie plus élevée et de faible fréquence est appliquée pour provoquer la sortie du milieu du panier par un effet de débordement. Ainsi, la phase solide introduite dans le panier supérieur, passera de panier en panier pour être extraite en bas de la colonne. Ce système permet d'augmenter le temps de séjour du solide dans la colonne. En outre, l'efficacité de l'échange entre les phases obtenue par les pulsations de faible amplitutde est limitée car la fréquence et l'amplitude de ces pulsations sont limitées pour éviter la sotie du panier, par débordement, des particules solides pendant les phases d'échanges. Enfin, ce dispositif ne peut être utilisé que pour un échange solide/liquide avec circulation à contre courant du liquide et une circulation gravitationnelle du solide, donc notamment pour une phase solide dense.

D'autres colonnes pulsées ont été proposées dans les brevets FR 2743508 et Ep 973591. Ces colonnes comprennent des parois segmentant la colonne en plusieurs zones adjacentes. Chaque

paroi comprend une partie étanche interdisant tout échange entre deux zones adjacentes dans un sens prédéfini, une partie permettant un échange ou une circulation de la phase liquide d'une zone à la zone adjacente et enfin une troisième partie munie d'un clapet permettant la circulation de la phase solide d'une zone à une zone adjacente. Une pulsation de faible amplitude et fréquence élevée est appliquée dans la colonne pour favoriser l'échange entre les différentes phases et générer une différence de pression entre deux zones adjacentes provoquant l'ouverture des clapets pour permettre le passage du solide d'une zone à l'autre.

Toutefois, ces dispositifs ne permettent pas de contrôler de manière indépendante le temps de séjour du solide par rapport au temps de séjour du liquide.

Un des buts de la présente invention est notamment de proposer un dispositif constitué par une colonne pulsée pour maintenir une phase solide en dispersion dans une phase liquide pendant un certain temps permettant de contrôler et déterminer le temps de séjour des deux phases entrant dans la colonne de manière indépendante, ainsi que le temps de séjour du produit solide entre chaque zone ou plateau de la colonne.

A cet effet, l'invention concerne une colonne pulsée prévue pour maintenir une phase solide en dispersion dans une phase liquide pendant un certain temps pour permettre, par exemple, un échange entre la phase liquide et la phase solide comprenant au moins une paroi délimitant au moins deux zones, étages ou volumes adjacents dans ladite colonne, chaque paroi comprend une première partie filtrante permettant à la phase liquide de circuler d'une zone à la zone adjacente et empêchant la phase solide de circuler d'une zone à l'autre, une deuxième partie formée par un orifice permettant la circulation d'au moins la phase solide d'une zone à une autre zone adjacente. La colonne comprend un moyen de fermeture et ouverture dudit orifice, des moyens pour appliquer dans la colonne des pulsations de faible amplitude et fréquence élevée et des moyens pour appliquer dans la colonne ou dans chaque volume ou zone des impulsions de grande amplitude et fréquence faible.

Selon une caractéristique de l'invention, les impulsions de forte amplitude sont appliquées avec ouverture simultanée des moyens de fermeture ouverture des orifices de chaque paroi ou de certains de ces moyens.

Comme le dispositif de l'invention présente deux moyens indépendants pour appliquer des pulsations et impulsions d'amplitude et fréquence différentes et qu'il est possible de contrôler le passage de la phase solide d'une zone ou volume de la colonne à l'autre, tout en maintenant une circulation de la phase liquide à travers la partie filtrante des parois de chaque plateau, la colonne

pulsée de l'invention permet d'avoir des temps de séjour de la phase solide et de la phase liquide qui sont déterminés et contrôlés de manière indépendante l'un de l'autre.

Ainsi, le fonctionnement de la colonne pulsée de l'invention peut être adaptée aux caractéristiques des produits et du phénomène chimique ou physico-chimique mis en œuvre.

En effet, le dispositif de l'invention permet de maintenir une phase solide en dispersion dans un milieu liquide pendant un temps déterminé pour obtenir notamment un bon échange entre les deux phases ou un contact intime entre ces phases. Ce dispositif permet également de maintenir la phase solide en dispersion dans un milieu liquide pour permettre à la phase solide d'évoluer pendant le passage dans la colonne par modification de sa structure, agglomération ou tout autre phénomène physico-chimique. Ces opérations sont réalisées selon un mode continu.

Ainsi le dispositif de l'invention permet, par exemple, de réaliser le lavage de solides, des réactions chimiques entre une phase solide et un liquide, ainsi qu'une réaction entre des composés présents dans la phase liquide catalysée par un catalyseur hétérogène solide constitué par la phase solide ou présent dans la phase solide, ou tout autre procédé requérant un contact intime entre une phase solide et une phase liquide ou de maintenir pendant un certain temps une phase solide en dispersion dans une phase liquide pour traiter ou modifier la structure ou texture du solide.

Selon un premier mode de réalisation de l'invention, les moyens de fermeture des orifices prévus sur chaque paroi ou plateau sont actionnés de manière automatique par la différence de pression créée entre deux zones adjacentes par les impulsions de forte amplitude et de fréquence faible. Sous l'effet de ces impulsions, les moyens de fermeture sont actionnés de manière à libérer le passage des phases liquide et solide par l'orifice.

Selon un autre mode de réalisation de l'invention, l'actionnement de l'ouverture ou de fermeture des moyens d'obturation des orifices de chaque plateau est réalisé par tout moyen de commande, électrique, mécanique, pneumatique, électromagnétique ou analogue, de manière indépendante des moyens générant les impulsions de forte amplitude et de fréquence élevée. En outre, la commande des moyens d'obturation associés à une paroi ou un plateau peut être indépendant de la commande des moyens d'obturation associés à un autre plateau.

De tels modes de réalisation de l'invention permettent d'utiliser la colonne pulsée de l'invention avec des flux liquide et solide à co-courant ou à contre-courant. De plus, les flux liquide et solide peuvent être ascendant ou descendant.

En outre, cette commande des moyens de fermeture et ouverture permet de contrôler et déterminer le temps de séjour de la phase solide dans la colonne. Elle permet également d'obtenir des temps de séjour uniformes ou très proches et sensiblement homogènes pour toutes les particules de tailles et poids différents constituant la phase solide. Ce résultat permet d'obtenir un traitement homogène de la phase solide.

Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, le sens du flux solide dans la colonne est avantageusement opposé au flux naturel ou gravitationnel dudit solide dans la phase liquide associée.

Selon le premier mode de réalisation de l'invention, les moyens d'obturation peuvent être constitués des clapets équipés avantageusement de ressort pour les maintenir en position de fermeture de l'orifice. Ces clapets sont actionnés par la différence de pression entre deux zones étages ou volumes adjacents sous l'effet d'une impulsion de forte amplitude appliquée sur le milieu contenu dans la colonne. Les clapets peuvent être remplacés par des billes ou sphères reposant sur les bords de l'orifice associé et disposés dans un moyen formant cage pour limiter le déplacement de la bille ou de la sphère. L'ouverture de l'orifice est obtenue par déplacement de la bille ou de la sphère sous l'effet de la différence de pression générée par les impulsons. Toutefois, le poids de la bille ou de la sphère doit être suffisant pour que les pulsations de faible amplitude ne provoque pas de déplacement.

Dans un second mode de réalisation de l'invention, les moyens d'obturation sont avantageusement constitués par des vannes commandées par tout moyen classique de commande d'ouverture et de fermeture.

De manière générale, les moyens de fermeture et d'ouverture des orifices doivent permettre l'ouverture de ceux-ci uniquement pendant la durée d'application de l'impulsion de grande amplitude.

La colonne pulsée de l'invention par le contrôle du transfert de la phase solide d'une zone à une autre de manière indépendante de celle de la circulation de la phase liquide permet de déterminer et régler le temps de séjour du solide dans la colonne et dans chaque zone ou volume de celle-ci, quelque soit le temps de séjour de la phase liquide et quelque soit la densité et la taille des particules solides. Comme indiqué précédemment, ce réglage peut être effectué quelque soit le sens de la circulation des flux liquide et solide.

D'autres détails et avantages de l'invention apparaîtront plus clairement au vu de la description détaillée d'un mode de réalisation de l'invention faite en référence aux figures annexées, dans lesquelles :

- La figure 1 est une vue schématique en coupe d'une colonne pulsée selon un premier mode de réalisation de l'invention schématisant le fonctionnement de celle-ci,
- Les figures 2a, 2b, 2c sont des coupes partielles de la colonne pulsée de l'invention selon un second mode de réalisation de l'invention montrant différentes phases de fonctionnement de la colonne pulsée de l'invention.

En référence à la figure 1, un mode de réalisation de la colonne pulsée 1 de l'invention comprend le corps 2 de la colonne formée par un tube, avantageusement cylindrique, à l'intérieur duquel s'effectue l'échange entre les phases liquide et solide.

La colonne 1 comprend à sa partie inférieure, un tube 3 ou réservoir de diamètre plus grand que celui du corps 2 de la colonne dans le mode de réalisation illustré.

Ce réservoir 3 est séparé du corps de la colonne par une première paroi 4 constituée par une matière filtrante. Cette paroi ou plateau 4 empêche la phase solide de pénétrer dans le réservoir 3.

Le réservoir 3 est relié à des moyens 5 permettant de générer des pulsations de faible amplitude et de fréquence élevée dans la phase liquide contenu dans le réservoir 3 et dans toute la phase liquide contenue dans le corps 2 de la colonne 1. Les moyens 5 sont par exemple, constitués par un piston 6 relié à un moteur pneumatique ou électrique (non représenté) et animé d'un mouvement de va et vient de fréquence élevée et faible amplitude. Ce mode de réalisation des moyens 5 de génération de pulsations de faible amplitude est donné uniquement à titre indicatif sans limitation de la portée de l'invention. Ainsi, d'autres moyens de génération de pulsation peuvent être utilisés comme un système à membrane ou analogue.

Le réservoir 3 est également relié par le tube 7 à des moyens 8 de génération d'impulsion d'amplitude élevée et de faible fréquence.

Ces moyens 8 peuvent également être constitués par un piston relié à un moteur (non illustré).

Comme pour les moyens 5 de génération de pulsations de faible amplitude, la description ci-dessus des moyens de génération d'impulsions d'amplitude élevée est donnée uniquement à titre d'illustration sans limitation de la portée de l'invention.

Dans le mode de réalisation illustré, le réservoir 3 comprend une sortie 9 de la phase liquide.

La colonne d'invention est divisée, dans sa partie correspondant au corps 2, en plusieurs zones ou volumes V1 à Vx. par des parois ou plateaux 10. Le plateau 10 est constitué par une paroi filtrante permettant le passage d'un liquide depuis le volume V_{x-1} au volume V_x.

Le plateau 10 comprend, dans le mode de réalisation illustré, un orifice central 11. Une bille ou sphère 12 est disposée sur le dit orifice, les parois de l'orifice 11 servant de siège pour la bille ou sphère. Des éléments 13 en forme de tige définissent une cage dans laquelle la bille ou sphère 12 peut se déplacer.

La colonne 1 pulsée de l'invention comprend à sa partie haute une alimentation 14 en phase liquide et une sortie 15 de la phase solide. Cette dernière est située dans le volume ou étage V situé au dessus de la dernière paroi 10.

Les plateaux 10 sont fixés dans la colonne selon les moyens habituels et bien connus de l'homme du métier.

Ainsi, selon l'invention un flux de liquide est alimenté par le conduit 14 et soutiré par le conduit 9. le liquide traverse les parois 10 à travers les surfaces filtrantes.

La phase solide à traiter est alimentée par le conduit 16 dans le volume V_1 situé au dessus de la paroi filtrante 4.

Pour améliorer le contact entre la phase solide et la phase liquide, des pulsations de faibles amplitude et fréquence élevée sont appliquées par les moyens 5 sur la phase liquide contenue dans la colonne.

Selon une fréquence déterminée, une impulsion de forte amplitude est appliquée par les moyens 7 sur le liquide contenu dans la colonne 1. Sous l'effet de cette impulsion, la différence de pression créée entre deux volumes adjacents provoque le mouvement de la bille 12 permettant au mélange contenu dans le volume ou étage inférieur à la paroi équipée de ladite bille de s'écouler dans le volume ou étage adjacent.

En déterminant la fréquence d'application des impulsions d'amplitude élevée, il est possible de définir et contrôler le temps de séjour de la phase solide indépendamment du temps de séjour de la phase liquide.

Par ailleurs, la colonne de l'invention peut être utilisée avec un flux solide et un flux liquide co-courant ascendant ou descendant ou à contre-courant. Il est également possible d'utiliser cette colonne avec des flux liquide et solide ascendant selon les caractéristiques des produits à traiter ainsi que la nature de l'échange.

Les figures 2a à 2c illustrent différents modes de fonctionnement de la colonne de l'invention. Ainsi, la figure 2a illustre un mode de fonctionnement dans lequel les vannes sont en position ouverte quand une impulsion F est appliquée (dessins de droite et gauche) puis en position fermée pour permettre un mélange des deux phases dans chaque étage de la colonne sous l'effet des pulsations de faible amplitude.

Dans le mode de fonctionnement de la figure 2b, les vannes sont en position ouverte pendant l'application de l'impulsion de forte amplitude F, tandis que certaines vannes (une sur deux dans l'exemple illustré) sont maintenues en position ouverte pendant la phase de mélange. Ce mode de fonctionnement illustre la souplesse d'utilisation de la colonne qui permet de régler le nombre d'étages ou leur volume selon la nature des phases à traiter.

Enfin, il est possible d'avoir le mélange des phases uniquement dans un étage sur deux de la colonne, comme illustré à la figure 2c, les autres étages intermédiaires contenant la phase liquide sans phase solide. Ce mode de fonctionnement permet de garantir, dans certaines cponditions, un temps de séjour identique et homogène pour tout les produits solides alimentés dans la colonne, quelque soit leur dimension et poids et la répartition granulométrique de la phase solide.

Un exemple de fonctionnement de la colonne de l'invention réalisé avec des billes de polystyrène de diamètre de 200µm et de densité 1,05 et comme phase liquide de l'eau illustre le contrôle et la détermination du temps de séjour du solide en fonction de la fréquence d'application des impulsions d'amplitude élevée. la colonne comprends 10 étages de 10 cm de hauteur et de 10 cm de diamètre. Une impulsion est appliquée pendant 4 secondes pour forcer la phase solide contenue dans un étage de passer dans l'étage adjacent. Le temps de séjour du solide a été mesuré pour différentes fréquence d'application des impulsions F d'amplitude élevée. Les résultats obtenus sont indiqués dans le tableau I ci-dessous :

Tableau I

Exemple	Fréquence d'application des impulsions F (s)	Temps de séjour de la phase solide (s)
1	4	114
2	10	150
3	50	685
4	200	2346

Revendications

1. Colonne pulsée permettant de maintenir une phase solide en suspension dans une phase liquide pendant un temps déterminé comprenant des parois ou plateaux délimitant des volumes ou étages adjacents dans ladite colonne, les dites parois comprennent une première partie filtrante permettant uniquement à la phase liquide de circuler d'une zone à l'autre, une deuxième partie formée par un orifice permettant la circulation du mélange de phases contenu dans une zone dans une autre zone adjacente, ledit orifice étant associé à un moyen d'obturation, et des moyens pour générer et appliquer sur le mélange contenu dans la colonne des pulsations de faible amplitude et fréquence élevée caractérisé en ce qu'elle comprend des moyens d'application d'impulsions de forte amplitude selon une fréquence faible et déterminée, appliquées de manière simultanée à l'ouverture d'au moins un des moyens d'obturation des orifices des parois ou plateaux.

2. Colonne selon la revendication 1, caractérisée en ce qu' elle comprend plusieurs parois ou plateaux définissant plusieurs étages ou volumes dans la colonne.

3. Colonne selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce qu'elle comprend à une de ses extrémités une paroi ou plateau constitué par une paroi filtrante

4. Colonne selon l'une des revendications précédentes caractérisée en ce qu'elle comprend à une de ces extrémités une partie formant réservoir de la phase liquide séparée de la colonne par une paroi constituée par une matière filtrante.

5. Colonne selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que les moyens d'obturation des orifices des parois ou plateaux de la colonne sont formés par une sphère ou bille reposant sur les bords de l'orifice associé et disposée dans un moyen formant une cage pour limiter les déplacements de la bille ou sphère.

6. Colonne selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que les moyens à d'obturation des orifices des parois ou plateaux de la colonne sont formés par un clapet associé à un ressort pour maintenir le clapet en position fermé sur l'orifice de chaque paroi ou

plateau, et permettant son ouverture sous la pression générée par les impulsions de forte amplitude.

7. Colonne selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que les moyens d'obturation des orifices des parois ou plateaux de la colonne sont formées par des vannes associés à des moyens de commande d'ouverture et de fermeture

8. Colonne selon l'une des revendications 4 à 7, caractérisée en ce que les pulsations d'amplitude faible et de fréquence élevée sont appliquées sur le liquide contenu dans le réservoir.

9. Colonne selon l'une des revendications 4 à 8, caractérisée en ce que les impulsions d'amplitude élevée et de fréquence faible sont appliquées sur le liquide contenu dans le réservoir.

10. Utilisation d'une colonne selon l'une des revendications précédentes, pour le lavage d'un solide.

11. Utilisation d'une colonne selon l'une des revendications 1 à 9, pour l'échange entre une phase solide et une phase liquide.

12. Utilisation d'une colonne selon l'une des revendications 1 à 9 pour la réalisation d'une réaction chimique.

13. Utilisation d'une colonne selon l'une des revendications 1 à 9 pour la réalisation d'un traitement d'une phase solide pour modifier satructure et/ou sa texture

FIG 1

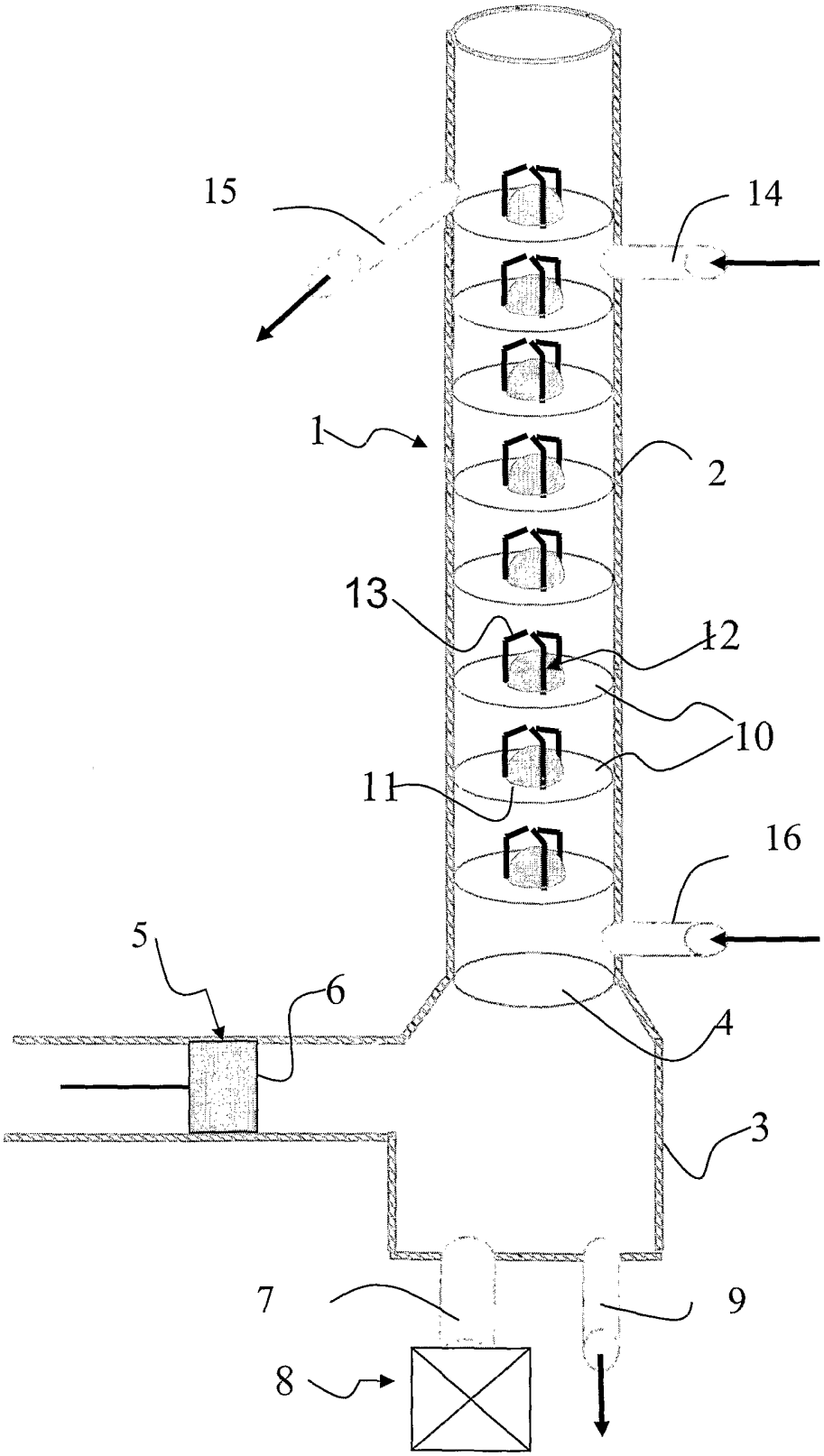


FIG 2a

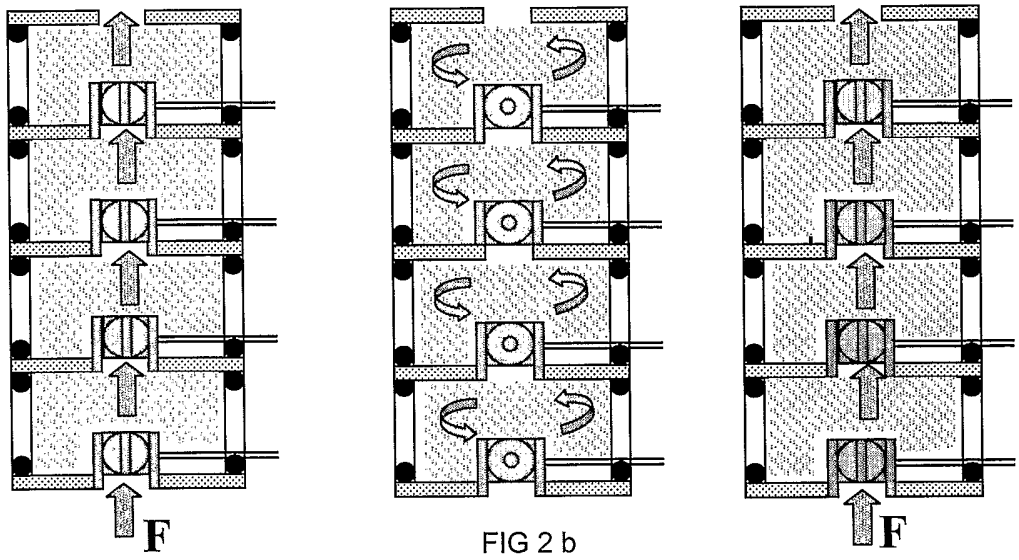


FIG 2 b

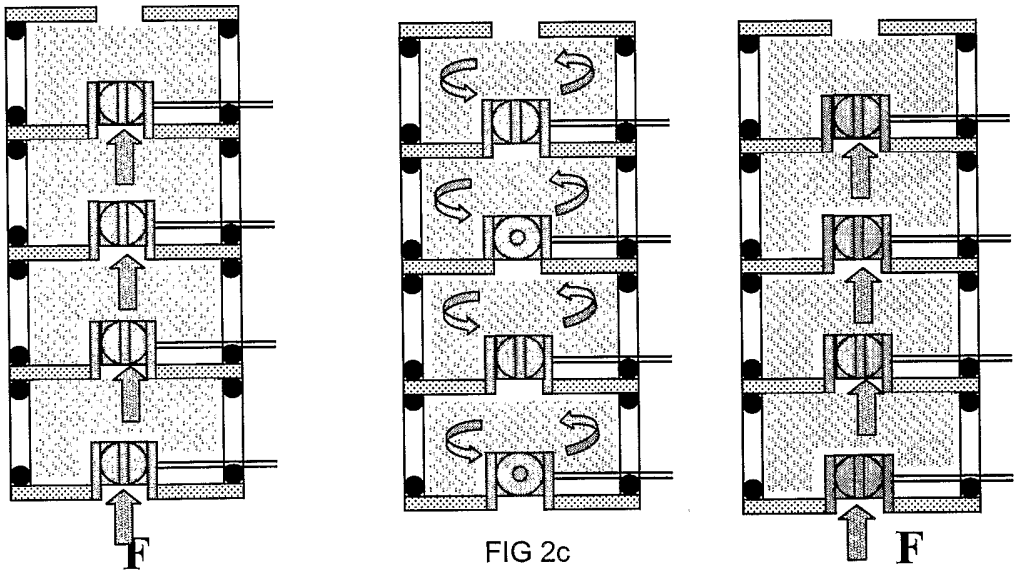
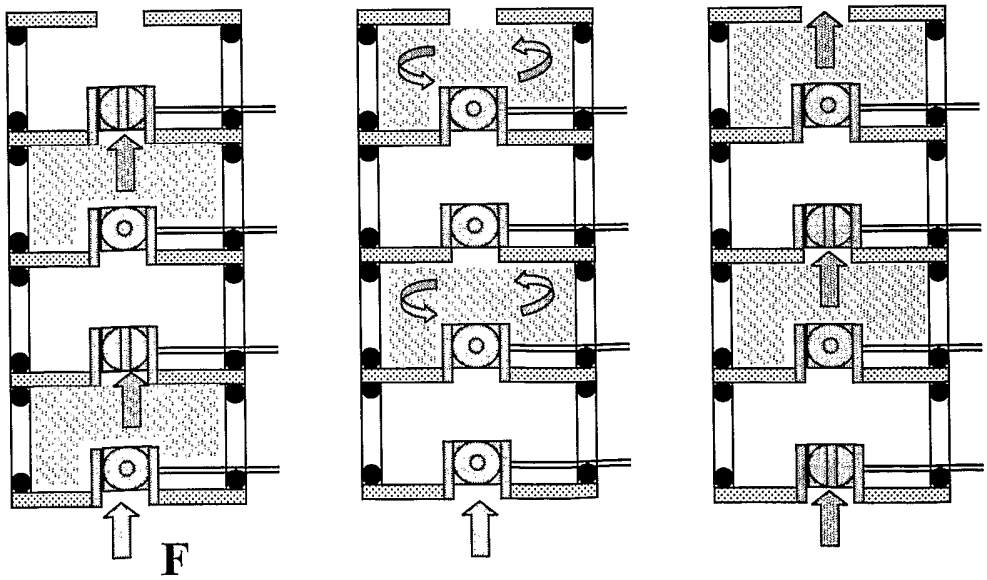


FIG 2c



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/FR2005/002414

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
B01D11/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
B01D B01J

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

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP 0 973 591 B (CHARZAT, CLAUDE; INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 26 January 2000 (2000-01-26) cited in the application paragraphs '0041! - '0047!; claims 8-16; figures	1-13
Y	EP 0 462 897 A (COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE) 27 December 1991 (1991-12-27) cited in the application column 2, line 13 - line 41 column 3, line 44 - column 4, line 2; claims; figure 1	1-13
A	US 3 108 859 A (KOSKI OSCAR H) 29 October 1963 (1963-10-29) column 2, line 36 - line 45; claim 2; figure 1	1-13

-/--

[X] Further documents are listed in the continuation of box C.

[X] Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
2 January 2006	18/01/2006

Name and mailing address of the ISA	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Fourgeaud, D

1

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2004)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/FR2005/002414

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 02/085485 A (ASPEN AEROGELS, INC; KANG, P., LEE) 31 October 2002 (2002-10-31) page 10, line 20 - page 11, line 5; claim 8	1-13
A	DE 103 04 738 A1 (IVET INGENIEURGESELLSCHAFT FUER VERFAHRENSENTWICKLUNG UND ENTSORGUNGST) 19 August 2004 (2004-08-19) the whole document	1-13

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No
PCT/FR2005/002414

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0973591 B	27-11-2002	AT 228384 T	15-12-2002
		AU 2394397 A	30-10-1998
		CA 2288936 A1	15-10-1998
		DE 69717504 D1	09-01-2003
		DE 69717504 T2	26-02-2004
		EP 0973591 A1	26-01-2000
		WO 9845015 A1	15-10-1998
		JP 2001518832 T	16-10-2001
		US 6464876 B1	15-10-2002
EP 0462897 A	27-12-1991	CA 2044912 A1	22-12-1991
		DE 69103822 D1	13-10-1994
		FR 2663558 A1	27-12-1991
		US 5145577 A	08-09-1992
US 3108859 A	29-10-1963	NONE	
WO 02085485 A	31-10-2002	CA 2443845 A1	31-10-2002
		EP 1397185 A1	17-03-2004
DE 10304738 A1	19-08-2004	NONE	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No
PCT/FR2005/002414

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
B01D11/04

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
B01D B01J

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	EP 0 973 591 B (CHARZAT, CLAUDE; INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 26 janvier 2000 (2000-01-26) cité dans la demande alinéas '0041! - '0047!; revendications 8-16; figures	1-13
Y	EP 0 462 897 A (COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE) 27 décembre 1991 (1991-12-27) cité dans la demande colonne 2, ligne 13 - ligne 41 colonne 3, ligne 44 - colonne 4, ligne 2; revendications; figure 1	1-13
A	US 3 108 859 A (KOSKI OSCAR H) 29 octobre 1963 (1963-10-29) colonne 2, ligne 36 - ligne 45; revendication 2; figure 1	1-13

-/--

[X] Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

[X] Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
2 janvier 2006	18/01/2006

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale	Fonctionnaire autorisé
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016	Fourgeaud, D

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No
PCT/FR2005/002414

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	WO 02/085485 A (ASPEN AEROGELS, INC; KANG, P., LEE) 31 octobre 2002 (2002-10-31) page 10, ligne 20 - page 11, ligne 5; revendication 8	1-13
A	DE 103 04 738 A1 (IVET INGENIEURGESELLSCHAFT FUER VERFAHRENSENTWICKLUNG UND ENTSORGUNGST) 19 août 2004 (2004-08-19) le document en entier	1-13

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande Internationale No
PCT/FR2005/002414

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
EP 0973591	B	27-11-2002	AT	228384 T	15-12-2002
			AU	2394397 A	30-10-1998
			CA	2288936 A1	15-10-1998
			DE	69717504 D1	09-01-2003
			DE	69717504 T2	26-02-2004
			EP	0973591 A1	26-01-2000
			WO	9845015 A1	15-10-1998
			JP	2001518832 T	16-10-2001
			US	6464876 B1	15-10-2002
EP 0462897	A	27-12-1991	CA	2044912 A1	22-12-1991
			DE	69103822 D1	13-10-1994
			FR	2663558 A1	27-12-1991
			US	5145577 A	08-09-1992
US 3108859	A	29-10-1963	AUCUN		
WO 02085485	A	31-10-2002	CA	2443845 A1	31-10-2002
			EP	1397185 A1	17-03-2004
DE 10304738	A1	19-08-2004	AUCUN		