

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication : 2 677 556
(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)
(21) N° d'enregistrement national : 92 07056
(51) Int Cl⁵ : B 01 D 71/10, 71/58; A 61 K 35/14, 35/16; A 61 L 2/02

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 11.06.92.

(30) Priorité : 12.06.91 DE 4119288.

(43) Date de la mise à disposition du public de la demande : 18.12.92 Bulletin 92/51.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de recherche : Le rapport de recherche n'a pas été établi à la date de publication de la demande.

(60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :

(71) Demandeur(s) : Société dite: SCHENK-FILTERBAU GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER HAFTUNG — DE.

(72) Inventeur(s) : Dr. Oechsle Dietmar, Mohn Dieter et Göpfert Bernhard.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire : Cabinet Netter.

(54) Procédé pour la filtration, effectuée en couches, de liquides pharmaceutiques, biologiques, chimiques ou analogues.

(57) Dans le procédé selon l'invention pour la filtration, effectuée en couches, de liquides chimiques ou pharmaceutiques, en particulier de solutions à injecter, telles que du plasma sanguin ou d'autres sérum, ou de gélatine photographique sont utilisés au lieu des composants minéraux activateurs de filtration usuels, à savoir de la terre d'infusories et des perlites, en tant qu'adjutants inertes ne libérant pratiquement pas d'ions métalliques, de la matière polymère en granulé fin hautement apte à se disperser et des matières cellulosiques très pures réduites en particules micrométriques ou des mélanges de ces matières, permettant ainsi au liquide à filtrer d'être exempt d'ions métalliques, notamment d'ions de métaux lourds tels que ceux de fer ou d'aluminium.

FR 2 677 556 - A1



Procédé pour la filtration, effectuée en couches, de liquides pharmaceutiques, biologiques, chimiques ou analogues

La présente invention concerne un procédé pour la filtration, effectuée en couches, de liquides pharmaceutiques, biologiques, chimiques ou autres, en particulier de solutions à injecter, par exemple du plasma sanguin ou d'autres sérum, ou de liquides chimiques tels que de la gélatine photographique, en utilisant des couches filtrantes constituées par des matières cellulosiques, en particulier des fibres de cellulose, ayant subi une fibrillation et de préférence broyées dans des raffineurs, et par des composants activateurs de filtration introduits dans ces matières.

Il est universellement connu d'utiliser la filtration, effectuée en couches, pour la séparation de mélanges solide/liquide en vue de l'obtention d'un filtrat. Elle est particulièrement apte à séparer des matières en suspension très fines, par exemple des colloïdes ou particules compressibles, telles que matières muqueuses ainsi que micro-organismes, et à clarifier ou stériliser ainsi le liquide. La filtration en couches est en outre utilisée pour clarifier des boissons naturelles comme par exemple du vin, de la bière, des jus de fruits, etc. mais aussi dans la technologie biologique et pour la fabrication de nombreux produits pharmaceutiques et chimiques. Pour cela il convient d'utiliser, en fonction de la nature et de la quantité des matières en suspension à séparer, des couches filtrantes de sélectivités de filtration différentes. Le liquide à filtrer (préfilt) est amené, lors de la filtration en couches, à passer à travers des couches filtrantes fabriquées industriellement, pouvant également être appelées gâteaux filtrants préfabriqués, d'épaisseur relativement faible. Les couches filtrantes sont constituées par un réseau tridimensionnel labyrinthique formé de matières fi-

breuses et hautement poreuses. La structure de base des couches filtrantes se compose de fibres de cellulose broyées ; celles-ci sont obtenues, au moyen de procédés de désintégration appropriés, à partir de matières organiques, 5 par exemple des bois feuillus ou résineux. Etant donné que des couches filtrantes constituées exclusivement de cellulose n'offrent qu'une netteté de filtration relativement faible, des matières extrêmement activatrices de filtration servant d'adjuvants de filtration, à savoir des diatomées 10 hautement poreuses, à savoir des terres d'infusoires, et au besoin en outre des perlites sont introduites dans la structure de base en fibres de cellulose des couches filtrantes. Il est également connu, afin d'accroître la résistance à l'humidité des couches filtrantes, d'ajouter des 15 agents dits de résistance à l'humidité, à savoir des résines synthétiques irréprochables au plan de la législation en matière alimentaire, qui se condensent lors du séchage des couches filtrantes et confèrent à celles-ci une cohésion interne. En ce qui concerne la filtration en couches 20 on distingue, en fonction des exigences relatives à son degré de finesse, la filtration grossière, la filtration clarifiante, la filtration fine et, en tant que filtration la plus fine, celle dite stérilisante. La filtration grossière permet de séparer des particules supérieures à 15 µm de liquides faiblement visqueux au moyen de couches filtrantes 25 constituées en conséquence. La filtration clarifiante sert à éliminer des turbidités visibles du liquide à filtrer ainsi qu'à réduire la densité de population de micro-organismes, en particulier de levures. Par l'utilisation de couches filtrantes destinées à la filtration fine on a obtenu des filtrats limpides même lorsque des troubles colloïdaux étaient présents dans le produit à filtrer. Des couches de filtration fine séparent en outre des levures et sont fortement bactérioréductrices. Pour la filtration stérilisante sont utilisées, en tant que couches filtrantes, 30 des couches dites stériles qui séparent également des 35

micro-organismes de liquides. Pour les phases de filtration mentionnées sont disponibles différents types de couches filtrantes. En tant que support de précouche pour filtres à plateaux et cadres sont généralement utilisées ce qu'il est 5 convenu d'appeler des couches porteuses en terre d'infusoires. Elles servent de support à des précouches en terre d'infusoires activatrices de filtration et ne remplissent elles-mêmes aucune fonction de filtration.

Les couches filtrantes en cellulose, nécessaires 10 pour effectuer les différents types de filtration et dans lesquelles sont introduits des adjuvants de filtration, à savoir de la terre d'infusoires et des perlites, séparent donc, par filtration, des constituants solides, turbidités, colloïdes, agglomérats et analogues du produit à filtrer 15 mais elles ont pour inconvénient qu'au cours du processus de filtration des ions métalliques, en particulier des ions de fer et d'aluminium, en sont retirés par rinçage et entrent dans le liquide à filtrer. Ceci est particulièrement fâcheux dans le cas de la filtration en couches de certains 20 liquides pharmaceutiques ou chimiques car les ions métalliques peuvent, lors de l'utilisation ultérieure de tels liquides, par exemple de solutions à injecter, lors de la filtration de plasma sanguin ou lors de la filtration de gélatine photographique, produire des effets secondaires 25 indésirables. Des ions métalliques, comme par exemple des ions de fer ou d'aluminium, présents dans des solutions à injecter, en particulier dans le plasma sanguin, pourraient selon des recherches récentes être au moins l'un des facteurs à l'origine de l'apparition de la maladie dite d'Alzheimer. De plus, les ions métalliques extraits de terres 30 d'infusoires et de perlites et se trouvant dans des filtrats chimiques, en particulier dans le cas de la filtration de gélatine photographique, peuvent être nocifs d'autant que la gélatine favorise l'extraction d'ions métalliques 35 de la terre d'infusoires et de perlites (formation de

complexe) et que ce complexe influe de façon indésirable sur les sels d'argent contenus dans la gélatine photographique. En conséquence, les procédés de filtration et couches filtrantes connus sont préjudiciables ou même totalement impropres à la filtration de gélatine photographique ou de solutions à injecter, comme par exemple du plasma sanguin, etc.

La présente invention a pour but de créer un procédé et des couches filtrantes qui permettent une filtration, effectuée en couches, de liquides pharmaceutiques, en particulier de solutions à injecter, et de sérum, comme par exemple du plasma sanguin, mais également la filtration de liquides chimiques ou biochimiques, dans laquelle le liquide à filtrer est pauvre ou exempt d'ions métalliques, en particulier d'ions de métaux lourds, comme par exemple d'ions de fer ou d'aluminium, la teneur en ces ions étant du moins inférieure au seuil de décèlement.

Ce but est atteint, en ce qui concerne un procédé pour la filtration, effectuée en couches, de liquides pharmaceutiques, biologiques, chimiques ou analogues, en particulier de solutions à injecter, par exemple du plasma sanguin ou d'autres sérum, ou de gélatine photographique ou analogues, dans lequel sont utilisés en tant qu'adjuvants de filtration, de la cellulose, en particulier des fibres de cellulose, très finement divisée ainsi que des composants activateurs de filtration introduits dans cette dernière, selon l'invention par le fait qu'au lieu des composants minéraux activateurs de filtration usuels, à savoir de la terre d'infusoires et des perlites, sont utilisés, en tant qu'adjuvants de filtration, des adjuvants de filtration inertes ne libérant pratiquement pas d'ions métalliques, comme par exemple de la matière polymère en granulé fin hautement apte à se disperser ou des matières cellulaires de haute pureté réduites en particules micrométriques.

ques ou des mélanges de ces deux sortes de matière.

Pour filtrer, en milieu pauvre, en particulier exempt, d'ions métalliques, du plasma sanguin ou d'autres sérum il convient d'utiliser, en tant que matière polymère en granulé fin hautement apte à se disperser, en particulier un produit de condensation urée-formaldéhyde qui présente une grosseur de particule primaire d'environ 0,1 à 3,0 μm et une surface spécifique de $20 + 5 \text{ m}^2/\text{g}$ déterminée par la méthode BET. A cet égard le polymère en granulé peut avoir une masse volumique de 1,30 à 1,50 g/cm^3 et une densité apparente d'environ 60 g/l . Il s'est avéré que des résultats de filtration particulièrement satisfaisants étaient obtenus notamment pour une filtration stérilisante lorsque des particules primaires de 0,1 à 0,20 μm du produit de condensation urée-formaldéhyde étaient utilisées. Pour des filtrations moins fines, par exemple la filtration clarifiante, peuvent être utilisés des agglomérats de particules primaires d'une grosseur comprise entre 4 et 200 μm et plus. La fraction d'adjuvants de filtration exempts d'ions métalliques, c'est-à-dire la fraction de la matière polymère en granulé fin hautement apte à se disperser ou des matières cellulosiques réduites en particules micrométriques, ou des mélanges de ces deux sortes de matière est avantageusement comprise entre 5 et 60 % du poids total de la couche filtrante.

Grâce à l'invention il peut à présent être mis à la disposition des banques de sang humain du plasma sanguin filtré qui ne présente pas de teneurs en ions de fer ou d'autres métaux accrues par la filtration puisque le composant minéral activateur de filtration jusqu'à présent généralement utilisé est remplacé par une matière polymère synthétique en granulé ou par des matières cellulosiques réduites en particules micrométriques par broyage à sec. La filtration, effectuée en l'absence d'ions métalliques, de

sérum, en particulier de plasma sanguin ou d'autres liquides pharmaceutiques, biochimiques ou chimiques, peut être réalisée non seulement par l'utilisation de matières polymères en granulé hautement aptes à être dispersées mais aussi par l'utilisation de matières cellulosiques réduites en particules micrométriques ou de mélanges de ces deux types de matière. En conséquence, l'invention est applicable non seulement particulièrement à la filtration, en couches, de plasma sanguin mais aussi à la filtration d'autres liquides pharmaceutiques, biochimiques ou chimiques, à savoir notamment à la filtration de gélatine photographique.

Pour la filtration de gélatine photographique en l'absence d'ions métalliques il convient toutefois d'utiliser, au lieu d'un produit de condensation urée-formaldéhyde en tant qu'adjuvant de filtration, exclusivement de la cellulose réduite en particules micrométriques puisque les produits de condensation urée-formaldéhyde contiennent de faibles fractions de formaldéhyde qui, comme les ions de fer, développent les sels d'argent contenus dans la gélatine photographique. La cellulose réduite en particules micrométriques et qui convient tant pour la filtration de gélatine photographique que pour d'autres opérations de filtration telles que la filtration de liquides pharmaceutiques est constituée par des matières cellulosiques, de préférence provenant de bois feuillus tels que hêtres, etc., hautement pures et broyées très finement à sec. La fraction de cellulose, réduite en particules micrométriques, dans la matière filtrante peut également être comprise sensiblement entre 5 et 60 % du poids total de la couche filtrante.

Il a en outre été constaté que des couches filtrantes selon l'invention pouvaient également être utilisées, avec le même avantage, en tant qu'adjuvants de filtration pour la filtration à précouche. A cette fin les couches filtrantes finies sont, après coup, encore fragmen-

tées, par exemple dans un broyeur à couronnes dentées, et sont alors particulièrement aptes à former la précouche qui pour sa part sert de base à des adjuvants de filtration plus fins, subséquemment ajoutés de façon dosée, et permet 5 un rinçage à fond de fines particules et un nettoyage sans problème du gâteau à l'issue de la filtration. Il est concevable que selon l'opération de filtration les couches filtrantes broyées selon l'invention soient encore complétées par d'autres additifs tels que farine de cellulose ou 10 d'autres matières fibreuses pour précouche, comme par exemple des fibrides à base de polyéthylène, pour optimiser une première précouche préliminaire ou pour fabriquer des pré-couches stables, homogènes et uniformément réparties sur toute la surface filtrante.

15 Afin d'augmenter les forces d'adsorption destinées à la séparation des particules les plus fines et de matières dissoutes, en particulier dans le cas de solutions neutres à légèrement acides présentant une charge superficielle négative il est recommandé de conférer à la matière 20 filtrante un potentiel positif qui dépend du pH, en ajoutant, de préférence, à la suspension aqueuse des celluloses utilisées une résine épichlorhydrine. Celle-ci se fixe sur la cellulose, puis se condense lors du processus de séchage subséquent, effectué entre 130 et 150°C, et devient ainsi 25 insoluble. Ce potentiel dit zéta est la charge électrique qui s'établit autour de particules de matières solides dans un liquide contenant un électrolyte.

De plus, le procédé peut encore être optimisé en permettant à la matière filtrante, après sa préparation et 30 son apprêtage, d'être séchée et, lors de ce séchage, consolidée par l'addition d'agents résistant à l'humidité, par exemple par l'addition d'une solution aqueuse d'une résine épichlorhydrine ou d'une résine mélamine-formaldéhyde modifiée. L'utilisation d'autres agents résistant à l'humidi-

té est concevable ; ceux-ci se condensent lors du séchage de la couche filtrante et confèrent à celle-ci une cohésion interne. Quant aux agents résistant à l'humidité évoqués il s'agit de résines synthétiques irréprochables au plan de la 5 législation en matière alimentaire. Les additifs précités destinés à faire varier la charge électrique de la matière filtrante ne comportent pas non plus de risque pour la santé.

En tant qu'exemple de réalisation pour la filtration selon l'invention il est cité de la matière cellulosique, réduite en particules micrométriques, obtenue à partir d'une alpha-cellulose pure et représentant environ 90 %, avec un résidu de calcination de 0,3 % au maximum en ce qui concerne le composant minéral, à savoir du calcium-magnésium, en tant qu'élément constitutif de la matière cellulosique fragmentée, c'est-à-dire du végétal ou analogue fragmenté, une pureté de la cellulose (blancheur) de 86 % étant avantageuse. L'alpha-cellulose utilisée peut avoir une longueur de fibre de 10 à 300 μm , de préférence de 18 à 200 μm , une épaisseur de fibre moyenne de 5 à 30 μm étant avantageuse. Une telle cellulose réduite en particules micrométriques est appropriée tant à la filtration de plasma sanguin qu'à celle de gélatine photographique. Etant donné qu'il manque à cette cellulose un potentiel superficiel positif, on ajoute à la suspension aqueuse, c'est-à-dire à la suspension de cellulose micrométrique, par exemple de la résine polyamido-amino-épichlorhydrine, après quoi la bande de papier filtrant préfabriquée sur une toile sans fin est séchée dans une installation de séchage à des températures 15 comprises entre 130 et 150°C. Au cours de ce séchage l'additif ajouté se condense et se dépose en longues chaînes 20 de la surface de la cellulose. Puis il peut, également au cours du séchage de la matière filtrante, être ajouté des agents résistant à l'humidité appropriés, par exemple des 25 résines mélamine-formaldéhyde modifiées ou une solution 30 35

aqueuse d'une résine épichlorhydrine, ces matières se condensant également au cours du processus de séchage.

5 Pour la filtration clarifiante de produits pharmaceutiques, en particulier de plasma sanguin ou d'autres sérum, il convient de citer, à titre d'exemple, le mode opératoire suivant.

10 50 % de mélange de matière cellulosique broyé à l'état humide, c'est-à-dire une cellulose normale, sont préparés, comme pour des couches filtrantes usuelles, avec un appareil Schopper-Riegler entre 30 et 40°C, c'est-à-dire un mélange de matières cellulosiques formées de celluloses hautement blanchies obtenues par les procédés au sulfite et au sulfate. A ce mélange sont encore ajoutés environ 10 % de fibride à base de polyéthylène (fibride de PE) tel qu'il est commercialisé par exemple sous la désignation ESS 21 par la firme Schwarzwälder Textilwerke. Aux 50 % de mélange de matière cellulosique broyé à l'état humide et additionné de 10 % de fibride de PE sont ajoutés environ 40 % de produit de condensation urée-formaldéhyde, des agglomérats de 15 20 25 6 à 60 µm, en tant que grosseur moyenne, pouvant être présents dans cet exemple. L'accroissement de la résistance à l'humidité se réalise par adjonction d'environ 0,3 % de résine polyamino-épichlorhydrine. Puis la matière filtrante est séchée dans le séchoir entre 130 et 150°C et ce jusqu'à obtention d'une humidité résiduelle inférieure à 1 %. Ceci se fait en réglant la vitesse de passage dans le séchoir en conséquence. Le résultat obtenu est une matière filtrante extrêmement sèche et suffisamment consolidée.

30 Dans l'exemple suivant pour la filtration de gélatine photographique il est formé une couche filtrante très fine constituée d'environ 60 % de mélange de matières cellulosiques qui, ayant subi une fibrillation et broyé à l'état humide, est obtenu au moyen d'un appareil Schopper-

Riegler entre 35 et 45°C. La couche filtrante se trouve donc plus finement broyée que dans l'exemple précédent et est constituée également d'un mélange de celluloses au sulfite et au sulfate hautement blanchies, additionné d'environ 5 40 % de cellulose de feuillu hautement pure, par exemple de bois de hêtre, réduite par broyage à sec en particules micrométriques. Des résultats particulièrement satisfaisants sont obtenus lorsque cette cellulose de feuillu présente une longueur de fibre et une épaisseur de fibre 10 d'environ 15 µm. A des fins de cationisation, c'est-à-dire pour l'obtention d'un potentiel zéta désiré, est ajouté environ 0,5 % de résine polyamido-amino-épichlorhydrine cationique et pour l'accroissement de la résistance à l'humidité est ajouté environ 0,3 % de résine polyamino-15 épichlorhydrine.

Font en outre l'objet de la présente invention des couches filtrantes qui se prêtent en particulier à la filtration de liquides pharmaceutiques, biochimiques ou chimiques par le procédé décrit et sont constituées par une 20 structure de base formée de fibres de cellulose dans les- quelles est introduite une matière polymère en granulé fin très apte à se disperser. Ces couches filtrantes comportent, comme matière polymère en granulé particulièrement appropriée, des produits de condensation urée-formaldéhyde 25 présentant une grosseur de particule d'environ 0,1 à 3,0 µm et une surface spécifique de $20 + 5 \text{ m}^2/\text{g}$ déterminée par la méthode BET. Un polymère à particules primaires d'une grosseur comprise entre 0,5 et 0,20 µm convient particulièrement pour la filtration fine, c'est-à-dire pour la filtration stérilisante. Pour des filtrations moins fines, par 30 exemple la filtration clarifiante, la couche filtrante peut présenter des agglomérats du produit de condensation urée-formaldéhyde qui est constitué par des particules primaires d'une grosseur de 4 à 200 µm ou plus. Le polymère en granulé utilisé dans la couche filtrante peut en outre présenter 35

une masse volumique de 1,30 à 1,50 g/cm³ et une densité apparente d'environ 60 g/l. Avantageusement, la proportion de matière activatrice de filtration ne libérant pas d'ions métalliques, c'est-à-dire la proportion de cellulose réduite en particules micrométriques, ou la proportion du polymère en granulé fin hautement apte à se disperser est comprise entre 5 et 60 % du poids total de la couche filtrante.

Selon une autre caractéristique de l'invention la cellulose micrométrique constitutive de la couche filtrante se distingue par le fait qu'elle est constituée par des matières cellulosiques, en particulier de la cellulose de feuillu, broyées à sec. A partir de ces couches filtrantes peuvent être fabriqués des adjuvants pour la filtration à précouche si les couches filtrantes finies sont réduites en particules fines par broyage à sec. Des couches filtrantes ainsi finement déchiquetées ou réduites en fines particules selon l'invention peuvent être avantageusement utilisées pour la filtration préliminaire de produits devant répondre à des exigences de pureté très rigoureuses.

Enfin, selon une autre caractéristique de l'invention, afin de conférer une charge électrique désirée à la matière filtrante un potentiel zéta peut être appliqué à la couche filtrante. Pour renforcer la couche filtrante celle-ci peut en outre être traitée par des agents résistant à l'humidité appropriés, en particulier par une résine mélamine-formaldéhyde ou une résine épichlorhydrine.

Le procédé selon l'invention et les couches filtrantes selon l'invention permettent pour la première fois d'obtenir des liquides pharmaceutiques, comme par exemple du plasma sanguin ou d'autres sérums, exempts d'ions métalliques, en particulier d'ions d'aluminium et de fer, la concentration de ces ions étant tout au moins inférieure à

la limite de décèlement, de sorte qu'il peut être fourni du plasma sanguin ne contenant plus d'ions métalliques préjudiciables à la santé. De même, il peut être fabriqué des filtrats qui, ne recueillant pas d'ions métalliques de la matière filtrante, sont recherchés dans l'industrie chimique ou dans d'autres domaines et ce en particulier pour la filtration de gélatine photographique qui peut désormais être filtrée sans lavage coûteux ni autre mesure additionnelle.

REVENDICATIONS

1 - Procédé pour la filtration, effectuée en couches, de liquides pharmaceutiques, biologiques, chimiques ou analogues, en particulier de solutions à injecter, par exemple du plasma sanguin ou d'autres sérum, ou de la gélatine photographique ou analogue, dans lequel sont utilisés, en tant qu'adjuvants de filtration, de la matière cellulosique, en particulier des fibres de cellulose, réduite en très fines particules, ainsi que des composants activateurs de filtration introduits dans cette matière cellulosique, caractérisé en ce qu'au lieu des composants minéraux activateurs de filtration usuels, à savoir de la terre d'infusoires et des perlites, sont utilisés, en tant qu'adjuvants de filtration, des adjuvants inertes ne libérant pratiquement par d'ions métalliques, comme par exemple de la matière polymère en granulé fin hautement apte à se disperser ou des matières cellulosiques hautement pures et réduites en particules micrométriques, ou des mélanges de ces deux sortes de matière.

20 2 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que pour filtrer des sérum, en particulier du plasma sanguin, en milieu pauvre ou exempt d'ions métalliques il est utilisé, en tant que matière polymère en granulé fin hautement apte à se disperser, un produit de condensation urée-formaldéhyde présentant une grosseur de particules primaires d'environ 0,1 à 3,0 µm et une surface spécifique de $20 + 5 \text{ m}^2/\text{g}$ (déterminée par la méthode BET).

30 3 - Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que pour la filtration stérilisante sont utilisées des particules primaires de 0,1 à 0,20 µm du produit de condensation urée-formaldéhyde et pour des filtrations moins fines, par exemple la filtration clarifiante, des agglomérats de particules primaires d'une grosseur comprise

entre 4 et 200 µm.

4 - Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la matière polymère en granulé présente une masse volumique de 1,30 à 1,50 g/cm³ et une densité apparente d'environ 60 g/l.

5 5 - Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la proportion d'adjuvants de filtration inertes ne libérant pratiquement pas d'ions métalliques est comprise entre 5 et 60 % du poids total de la couche filtrante.

10 6 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que pour la filtration de produits sensibles au formaldéhyde, comme par exemple de la gélatine photographique, effectuée en l'absence d'ions métalliques est utilisée, en remplacement d'une matière polymère en granulé, en tant qu'adjuvant de filtration, de la cellulose réduite en particules micrométriques.

15 7 - Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la cellulose réduite en particules micrométriques est constituée par des matières cellulosiques, en particulier de la cellulose de feuillu de haute pureté, broyées à sec.

20 8 - Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que, pour la filtration préliminaire, des couches filtrantes finies présentant une structure de base composée de matière cellulosique et de matière polymère en granulé déposée dans cette dernière et/ou de matières cellulosiques réduites en particules micrométriques sont broyées et utilisées à des fins de filtration à précouche.

9 - Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que dans le cas où les particules ou colloïdes, à séparer par filtration, qui se trouvent dans le préfilt l'ont présentent une charge négative il est communiqué aux fibres cellulaires de la couche filtrante un potentiel superficiel positif (potentiel zéta) et ce de préférence en introduisant dans la suspension aqueuse de cellulose réduite en particules micrométriques une résine épichlorhydrine qui se fixe sur la cellulose et se condense lors du processus de séchage subséquent effectué entre 130 et 150°C.

10 - Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la matière filtrante, après avoir été préparée et apprêtée, est séchée et consolidée par l'addition d'agents résistant à l'humidité, par exemple une résine mélamine-formaldéhyde modifiée ou une solution aqueuse d'une résine épichlorhydrine.

11 - Couche filtrante qui, destinée en particulier à la filtration de liquides pharmaceutiques, biologiques ou chimiques, présente une structure de base en fibres cellulaires ayant subi une fibrillation, en particulier pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par une matière polymère en granulé fin et hautement apte à se disperser déposée dans les fibres cellulaires.

12 - Couche filtrante selon la revendication 11, caractérisée en ce que la matière polymère en granulé est un produit de condensation urée-formaldéhyde présentant une grosseur de particules primaires de 0,1 à 3,0 μm et une surface spécifique de $20 + 5 \text{ m}^2/\text{g}$ (méthode BET).

13 - Couche filtrante selon la revendication 11 ou 12, caractérisée en ce que celle destinée à la filtra-

tion fine, en particulier à la filtration stérilisante, est constituée par des particules primaires, d'une grosseur de 0,1 à 0,20 µm, du produit de condensation urée-formaldéhyde.

5 14 - Couche filtrante selon l'une quelconque des revendications 11 à 13, caractérisée en ce que celle destinée à des filtrations moins fines, par exemple la filtration clarifiante, présente des agglomérats de particules primaires d'une grosseur comprise entre 4 et 200 µm.

10 15 - Couche filtrante selon l'une quelconque des revendications 11 à 14, caractérisée en ce qu'elle est constituée par des mélanges de particules primaires d'une grosseur comprise entre 0,1 à 0,20 µm, du produit de condensation urée-formaldéhyde et d'agglomérats de ces dernières.

15 16 - Couche filtrante selon l'une quelconque des revendications 11 à 15, caractérisée en ce que la matière polymère en granulé présente une masse volumique de 1,30 à 1,50 g/cm³ et une densité apparente d'environ 60 g/l.

20 17 - Couche filtrante selon l'une quelconque des revendications 11 à 16, caractérisée en ce que la proportion d'adjvant de filtration pauvre ou exempt d'ions métalliques est comprise entre 5 et 60 % du poids total de la couche filtrante.

25 18 - Couche filtrante présentant une structure de base en matière cellulosique ayant subi une fibrillation, en particulier des fibres de cellulose, pour la filtration de gélatine photographique en l'absence d'ions métalliques, en particulier selon l'une quelconque des revendications 1, 30 6 et 7, caractérisée par de la cellulose, de préférence provenant de bois feuillu, réduite en particules micromé-

triques et déposée dans ladite matière cellulosique fibrillée.

19 - Couche filtrante selon l'une quelconque des revendications 11 à 18, caractérisée en ce que la couche filtrante finie, composée de matière cellulosique et de matière polymère en granulé déposée dans la matière cellulosique et/ou de cellulose réduite en particules micrométriques, est fragmentée aussi finement que possible par broyage en vue de son utilisation pour des filtrations à précouche.

20 - Couche filtrante selon l'une quelconque des revendications 11 à 19, caractérisée en ce que les fibres cellulosiques sont traitées de façon à présenter un potentiel zéta.

21 - Couche filtrante selon l'une quelconque des revendications 11 à 20, caractérisée en ce que la matière filtrante est consolidée au moyen d'un agent résistant à l'humidité, en particulier une solution aqueuse d'une résine mélamine-formaldéhyde ou d'une résine épichlorhydrine.