



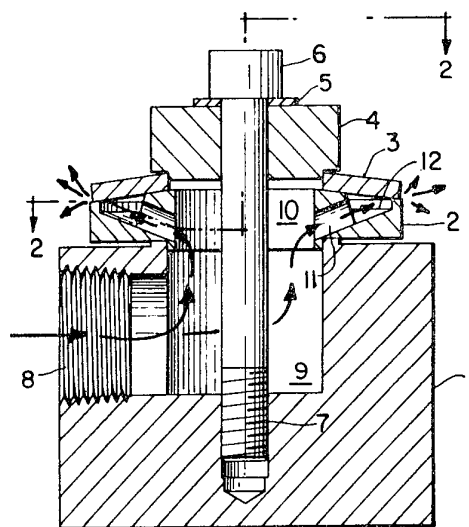
Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein
Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

⑫ FASCICULE DU BREVET A5

②① Numéro de la demande: 2705/84	⑦③ Titulaire(s): Pall Corporation, Glen Cove/NY (US)
②② Date de dépôt: 04.06.1984	
③③ Priorité(s): 07.06.1983 US 501889	⑦② Inventeur(s): Pall, David Boris, Roslyn Estates/NY (US) Degen, Peter John, Huntington/NY (US) Mischenko, John, III, Amityville/NY (US)
②④ Brevet délivré le: 27.02.1987	
④⑤ Fascicule du brevet publié le: 27.02.1987	⑦④ Mandataire: Scheidegger, Zwicky & Co., Zürich

⑤④ Dispositif et procédé pour disperser des agrégats dans des milieux fluides.

⑤⑦ Le dispositif comprend une rondelle Belleville (3) appuyée sur un siège (2) qui forment une chambre interne (10) avec une entrée (8) dans la chambre pour l'entrée du fluide à traiter. L'introduction d'un milieu fluide à traiter dans la chambre sous une pression opératoire différentielle de 345 à 6890 kPa crée, entre les éléments (2,3), un orifice ayant une largeur de 1 à 1500 μm pour la sortie du milieu fluide. Le dispositif est autonettoyant du fait que les éléments sont repoussés élastiquement l'un vers l'autre, ce qui assure une durée de fonctionnement accrue et un entretien moindre.



1. Dispositif autonettoyant pour disperser des agrégats dans un milieu fluide, caractérisé en ce qu'il comporte deux éléments (2, 3) coopérant pour former une chambre interne (10) avec une entrée (8) dans la chambre pour admettre ledit fluide, au moins un des éléments étant poussé vers l'autre, si bien que l'introduction du milieu fluide dans la chambre (10) sous une pression différentielle comprise dans la gamme de 345 à 6890 kPa crée un orifice allongé entre les deux éléments (2, 3) pour la sortie du milieu fluide, l'orifice allongé sous ladite pression ayant une longueur minimale de 7,6 cm, une largeur comprise entre 1 et 1500 μm et un rapport de sa longueur à sa largeur d'au moins 100/1.

2. Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'orifice allongé est continu et annulaire.

3. Dispositif selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que le second élément comprend une rondelle Belleville (3) et le premier élément comprend un siège (2), la rondelle Belleville étant repoussée de façon élastique vers le siège.

4. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le rapport de la longueur à la largeur de l'orifice est dans la gamme de 200 à 20 000 et la largeur est dans la gamme de 10 à 1250 μm .

5. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il comprend un logement (20) pour les deux éléments (2, 3).

6. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé par l'existence d'au moins une seconde paire de deux éléments (27, 29) en empilement répété avec la première paire d'éléments (23, 26).

7. Dispositif selon la revendication 6, caractérisé en ce que ledit orifice allongé est continu et annulaire, le premier élément de chacune des paires comprend un siège de rondelle Belleville (23) et le second élément (26) de chacune des paires comprend une rondelle Belleville repoussée de façon élastique vers le siège correspondant.

8. Procédé pour la mise en action du dispositif selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que l'on fait passer le milieu fluide à travers le dispositif sous une pression différentielle comprise entre 345 et 6890 kPa.

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que ladite pression différentielle est dans la gamme de 689 à 5512 kPa.

10. Procédé selon l'une des revendications 8 et 9, caractérisé en ce que ledit milieu fluide contenant des agrégats est constitué d'un fluide de complétion de puits rendu visqueux.

11. Procédé selon l'une des revendications 8 et 9, caractérisé en ce que ledit milieu fluide contenant des agrégats est constitué d'hydroxyéthylcellulose à une concentration de 0,25% à 1% en poids dans un milieu fluide aqueux et en ce que la viscosité normalisée du milieu fluide, après passage à travers le dispositif, est d'au moins 90% de la viscosité normalisée du milieu fluide non traité.

12. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que ledit milieu fluide contenant des agrégats est constitué de particules d'oxyde métallique et d'une résine et en ce que ladite pression différentielle est dans la gamme de 2067 à 5512 kPa.

13. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que ledit milieu fluide contenant des agrégats contient un pigment ou du noir de carbone.

La présente invention concerne un dispositif autonettoyant et un procédé pour disperser des agrégats dans des milieux fluides, en particulier pour disperser ou fragmenter des agrégats afin de rendre plus uniforme la composition de milieux fluides et d'améliorer leur filtrabilité.

La nécessité de traiter des agrégats dans des milieux fluides est un problème commun à une grande diversité d'industries. Les agré-

gats à traiter ont diverses formes, et diverses techniques ont été mises au point. Avant d'exposer les domaines dans lesquels des agrégats, dans des milieux fluides, posent des problèmes, certains termes utilisés ici doivent être définis.

Les agrégats comprennent par exemple 1) des gels, c'est-à-dire des colloïdes, dans lesquels la phase dispersée est combinée à la phase continue pour former une matière semi-solide, 2) des masses de particules solides, telles que du noir de carbone, des pigments et similaires, dans lesquelles les particules individuelles sont associées entre elles pour former un amas, et 3) des masses de particules aciculaires ou allongées ayant des taux d'allongement relativement élevés qui sont associées entre elles pour former un amas. Cette dernière catégorie (3) comprend des matières aciculaires, telles que les oxydes métalliques utilisés dans la fabrication des bandes magnétiques.

Comme précédemment noté, la nécessité de disperser les agrégats dans des milieux fluides est un problème commun à de nombreuses industries. Par exemple, l'hydroxyéthylcellulose (HEC) est couramment utilisée dans les travaux de complétion des puits de pétrole pour la préparation économique de saumures rendues visqueuses, principalement pour obtenir un écoulement en bloc pendant les premiers stades de l'élimination des particules solides indésirables et du gravier d'un puits complété par ailleurs. Les saumures rendues visqueuses sont préparées par combinaison de sels, tels que des halogénures alcalins et alcalinoterreux, par exemple le chlorure de sodium et le bromure de calcium, avec de l'eau pour accroître la densité.

Les compositions sont rendues visqueuses par incorporation d'un polymère soluble dans l'eau, par exemple l'HEC. La masse de polymère nécessaire pour obtenir la viscosité désirée contient généralement un taux indésirable d'agrégats de gel. Les agrégats de gel, dans les fluides de complétion des puits, sont indésirables pour deux raisons principales: 1) ils tendent à colmater les filtres utilisés pour épurer un fluide de complétion avant son injection dans un puits et 2) les agrégats de gel sont en soi très nuisibles à la production de pétrole s'ils sont incorporés dans un fluide injecté dans le puits, car ils tendent à colmater la formation pétrolière. Pour obtenir une saumure ou un fluide de complétion de puits utiles, les agrégats de gel de la saumure rendue visqueuse doivent être éliminés et/ou réduits sous une forme fine. Cela peut être obtenu par filtration, mais le coût et le temps nécessaires sont excessifs en raison du colmatage rapide des filtres. On a tenté de réduire d'autre façon la teneur en agrégats de gel mais, généralement, cette réduction s'accompagne d'une diminution assez importante de la viscosité des fluides, ce qui est un effet secondaire indésirable car la raison principale de l'addition du polymère est l'accroissement de la viscosité.

Un dispositif capable d'éliminer les agrégats de gel de tels dispositifs et/ou de réduire la taille des agrégats de gel sous une forme fine pour diminuer le colmatage des filtres et l'altération des formations pétrolières, en particulier un tel dispositif autonettoyant et n'ayant essentiellement pas d'effet sur la viscosité apparente de la saumure, serait très souhaitable.

Un second domaine, dans lequel la formation d'agrégats et le colmatage consécutif des filtres posent des problèmes, est la fabrication des bandes magnétiques à haute fidélité et similaires. Les compositions utilisées dans la fabrication de ces bandes comprennent généralement un mélange de 1) un ou plusieurs oxydes métalliques, tels que des oxydes de chrome et de fer qui, de façon typique, sont sous forme de particules aciculaires, et 2) un système de résine, ce mélange étant dispersé dans un liquide organique, tel que la méthyléthylcétone, le toluène ou similaires.

Les compositions de ce type ont tendance à former des agrégats puis à colmater les filtres, car les filtres utilisés sont relativement fins, pour assurer l'obtention d'une dispersion uniforme et fine des particules d'oxyde métallique nécessaire à la fabrication de bandes magnétiques haute fidélité de grande qualité. Elles ont de plus une forte tendance à colmater les filtres. De façon typique, on utilise des filtres en acier inoxydable poreux relativement coûteux. Le coût du remplacement, lorsqu'il se produit un colmatage rapide nécessitant un changement rapide, est très élevé. Les difficultés que pose la filtra-

tion de ces types de systèmes sont connues de façon générale. Un filtre ayant des pores fins se colmate rapidement, tandis que le produit (effluent) est satisfaisant. Sinon, un filtre plus grossier a une durée de service plus longue, mais le produit obtenu est de qualité moindre. Il est difficile d'obtenir à la fois une longévité économique et un effluent acceptable. Le problème est encore accru du fait que le système de résine lui-même peut contribuer à l'obtention d'un produit inférieur par suite des agrégats insolubles de gel polymère réticulé formés lors du procédé normal de fabrication des résines. Si on ne les élimine pas, ces agrégats à base de gel ainsi que les agrégats à base d'oxyde nuisent à la fidélité de reproduction des bandes magnétiques en créant un bruit de fond dû à la rugosité de la surface de la bande. Un système de dispersion utilisé en amont de ces filtres pour éliminer ces agrégats et/ou réduire leur taille accroîtrait la durée de vie des filtres fins nécessaires et améliorerait l'économie du procédé.

En plus de la forte dispersion uniforme qu'exigent ces compositions, il est également nécessaire d'éviter la destruction ou la fragmentation des particules aciculaires individuelles qui ont, de façon typique, des taux d'allongement relativement élevés, par exemple de 10-15 à 1. Par conséquent, dans la formation initiale de la suspension ou de la dispersion utilisée dans la fabrication des bandes magnétiques et dans le traitement ultérieur d'une telle dispersion, il serait très souhaitable de disposer d'un dispositif autonettoyant capable de former initialement une dispersion uniforme, puis d'assurer qu'elle demeure essentiellement dépourvue d'agrégats.

Une autre application dans laquelle la dispersion de particules solides dans un milieu fluide est souhaitable, est la dispersion de pigments, tels que le noir de carbone et similaires, dont les particules fines tendent à s'agglomérer. De nombreuses compositions dans lesquelles on utilise des particules solides, telles que du noir de carbone et d'autres pigments, contiennent également des liants ou des épaississants de poids moléculaires élevés qui contiennent habituellement des agrégats gélifiés indésirables.

Il existe de nombreuses autres industries et applications dans lesquelles il est nécessaire d'obtenir un taux élevé et uniforme de dispersion d'agrégats dans un fluide, par exemple dans le filage de fibres à partir de polymères où des gels peuvent provoquer la rupture des fibres lors de leur étirage et, de façon semblable, dans la coulée et l'extrusion de pellicules où des gels peuvent provoquer des «œils-de-poisson» dus à un épaississement local de la pellicule ou, inversement, peuvent provoquer des trous dans la pellicule.

Comme précédemment décrit, le dispositif et le procédé selon l'invention visent à fournir une technique directe efficace et propre pour disperser des agrégats dans des milieux fluides, et, dans une grande mesure, réduisent les problèmes que les techniques de l'art antérieur n'avaient à ce jour que partiellement résolus.

A cet effet, le dispositif autonettoyant selon l'invention pour disperser des agrégats dans un milieu fluide est caractérisé en ce qu'il comporte deux éléments coopérant pour former une chambre interne avec une entrée dans la chambre pour admettre ledit fluide, au moins un des éléments étant poussé vers l'autre, si bien que l'introduction du milieu fluide dans la chambre, sous une pression différentielle comprise dans la gamme de 345 à 6890 kPa, crée un orifice allongé entre les deux éléments pour la sortie du milieu fluide, l'orifice allongé sous ladite pression ayant une longueur minimale de 7,6 cm, une largeur comprise entre 1 et 1500 μm et un rapport de sa longueur à sa largeur d'au moins 100/1.

De préférence, le rapport de la longueur de l'orifice allongé à sa dimension transversale ou largeur est d'au moins 200/1 ou plus. De préférence, la dimension transversale ou largeur de l'orifice allongé est de 10 à 1250 μm .

Un mode de réalisation préféré du dispositif comprend une rondelle Belleville repoussée de façon élastique vers un siège avec lequel elle coopère qui est lui-même monté sur un élément de base. L'élément de base comporte une ouverture pour l'admission du fluide à traiter et le dispositif est maintenu en coopération avec la rondelle

Belleville repoussée vers le siège par une vis centrale assujettie à son extrémité inférieure à l'élément de base.

Lors du fonctionnement, le fluide à traiter pénètre dans l'élément de base et s'écoule dans la chambre annulaire centrale entourant la vis centrale dans l'élément de base, puis dans une chambre annulaire centrale dans le siège de la rondelle Belleville, après quoi il traverse des canaux multiples d'une chambre annulaire délimitée par la rondelle Belleville et son siège, puis sort de l'orifice annulaire allongé formé entre le bord extérieur de la rondelle Belleville et le siège sous l'effet de la pression du fluide. Lorsque le fluide est forcé à travers l'orifice allongé, les agrégats présents dans le fluide sont fragmentés, ce qui forme une composition fluide dispersée plus uniformément. L'accroissement de la dispersion et la diminution de la taille des agrégats peuvent être réalisés sans dégradation notable de la phase polymère dissoute qui, si elle se produisait, entraînerait une diminution notable de la viscosité apparente du fluide.

Comme noté ci-dessus, le dispositif est autonettoyant, ce qui fournit une durée de fonctionnement plus longue et moins d'entretien. Comme au moins un des deux éléments est repoussé vers l'autre, toute matière contenue dans le fluide à traiter qui ne traverse pas immédiatement l'orifice allongé à la pression opératoire indiquée réduit temporairement la surface transversale disponible pour le passage du fluide à travers l'orifice et, s'il n'est pas fragmenté par le passage du fluide autour de lui, provoque un accroissement de la pression conduisant finalement à une augmentation temporaire de la dimension transversale ou largeur de l'orifice allongé, ce qui permet le passage de la particule à travers l'orifice. Donc, lors du fonctionnement, le dispositif se nettoie lui-même du fait que les deux éléments délimitant l'orifice sont repoussés l'un vers l'autre et non en relation fixe.

Dans un autre mode de réalisation préféré du dispositif, une série de rondelles Belleville alternent avec une série de sièges selon une configuration empilée pour former un dispositif ayant une capacité de traitement accrue.

Selon l'invention, le procédé pour la mise en action du dispositif consiste à faire passer le fluide contenant les agrégats à travers le dispositif sous une pression différentielle de 345 à 6890 kPa. Selon le fluide particulier à traiter et la nature des agrégats qu'il contient, le fluide peut ensuite être filtré avant l'emploi, par exemple pour l'injection dans un puits ou la fabrication d'une bande magnétique. Comme exposé en détail ci-après, les applications particulières sont de préférence réalisées dans des conditions opératoires plus limitées.

L'invention va maintenant être décrite à titre d'exemple en regard des dessins annexés dans lesquels:

la figure 1 est une coupe en élévation d'un mode de réalisation du dispositif selon l'invention, dans lequel un seul élément repoussé de façon élastique (rondelle Belleville) fonctionne en association avec un siège monté sur une base;

la figure 2 est une vue en plan partiellement en coupe selon la ligne 2-2 de la figure 1;

la figure 3 montre les éléments constitutifs du mode de réalisation illustré par les figures 1 et 2 en perspective éclatée;

la figure 4 est une élévation en coupe d'un second mode de réalisation d'un dispositif selon l'invention, dans lequel des rondelles Belleville repoussées de façon élastique alternent avec des sièges selon une configuration répétée empilée contenue dans un logement;

la figure 5 est une vue en plan partiellement en coupe selon la ligne 5-5 de la figure 4;

la figure 6 est une élévation en coupe d'un mode de réalisation du dispositif dans lequel un piston à commande pneumatique repousse de façon élastique un élément de dispersion supérieur mobile vers un élément inférieur;

la figure 6a est une perspective de l'élément de dispersion supérieur de la figure 6;

les figures 7 et 8 sont des coupes partielles d'autres constructions illustrant deux éléments repoussés de façon élastique coopérant avec un siège unique, sur la figure 7 selon une configuration répétée empilée, et, sur la figure 8, selon une configuration non empilée;

la figure 9 est un graphique de valeurs colorimétriques en fonction de la pression opératoire pour une dispersion de noir de carbone traitée avec le dispositif des figures 1 à 3;

la figure 10 est un graphique de la viscosité en fonction de la filtrabilité pour des solutions traitées et non traitées d'HEC;

la figure 11 est un graphique de 1) la filtrabilité en fonction de la pression du fluide et 2) la viscosité normalisée en fonction de la pression du fluide, et

la figure 12 est un graphique de 1) la filtrabilité en fonction de la pression du fluide et 2) la viscosité normalisée en fonction de la pression du fluide.

Le mode de réalisation illustré par les figures 1 à 3 comprend une base 1, un siège de rondelle Belleville 2 monté sur une portion surélevée au sommet de la base 1, une rondelle Belleville 3 logée dans le siège de rondelle Belleville 2, un élément de fermeture supérieur 4 faisant contact étanche avec la portion intérieure et la plus haute de la rondelle Belleville 3 qui est placée avec sa face concave regardant vers le bas, et une rondelle 5 sur une vis 6, la rondelle 5 étant placée entre l'élément de fermeture supérieur 4 et la tête de la vis 6.

L'extrémité inférieure filetée de la vis centrale 6 est reçue dans un trou à filetage interne 7 dans la base 1 et assujettit la structure sous la configuration désirée, comme illustré par la figure 1, avec la rondelle Belleville 3 repoussée de façon élastique vers le siège de rondelle Belleville 2 et avec sa face concave regardant le siège de rondelle 2. Par ajustement du couple de la vis et des caractéristiques physiques de la rondelle Belleville, la force nécessaire pour déformer de façon élastique la rondelle Belleville et ouvrir un orifice annulaire allongé entre l'extérieur du bord inférieur de la rondelle Belleville et la surface supérieure extérieure du siège de la rondelle Belleville, peut être ajustée pour former un orifice de taille désirée à une pression opératoire déterminée.

Lors du fonctionnement, un fluide sous pression contenant des agrégats pénètre dans l'ouverture d'entrée 8 selon le trajet indiqué par les flèches sur la figure 1, s'écoule dans la chambre centrale annulaire 9 dans la base 1 entourant la tige de la vis, puis s'élève dans la chambre annulaire centrale 10 dans le siège 2 de la rondelle Belleville. Les chambres 9 et 10, communiquant entre elles, peuvent être considérées comme une seule chambre annulaire centrale entourant la vis 6. A partir de la chambre 10, le fluide traverse les quatre canaux 11 dans le siège 2 de la rondelle Belleville pour pénétrer dans la chambre annulaire 12 formée entre le siège de la rondelle Belleville et la rondelle Belleville 3.

Lors du fonctionnement, le fluide contenant des agrégats est introduit dans le dispositif sous une pression suffisante pour déformer de façon élastique la rondelle Belleville et créer un orifice annulaire ou fente allongée ayant une largeur essentiellement uniforme désirée, si bien que le fluide est soumis à l'action de forces dispersant les agrégats essentiellement uniformes lorsqu'il sort du dispositif par l'orifice annulaire comme illustré par les flèches sur la figure 1.

Un autre mode de réalisation préféré selon l'invention est illustré par les figures 4 et 5. Ce mode de réalisation comprend un logement 20 ayant une entrée 21 et une sortie 22 situées dans la base du logement 20. D'une façon semblable à celle du dispositif décrit en regard des figures 1 à 3, un siège 23 de rondelle Belleville est monté sur une portion centrale surélevée 24 au sommet de la portion 25 du logement 20, et une rondelle Belleville 26 est logée sur le siège 23 de la rondelle Belleville avec sa face concave regardant vers le siège 23 de la rondelle. Cependant, contrairement au dispositif illustré par les figures 1 à 3, au lieu qu'il y ait un élément de fermeture supérieur monté sur la rondelle Belleville 26, un second siège 27 de rondelle Belleville est monté sur la rondelle Belleville 26, sa portion inférieure s'adaptant à la portion supérieure du siège 23 de la rondelle Belleville. De façon semblable, des rondelles Belleville et des sièges de rondelles Belleville additionnels sont empilés en série pour former la configuration répétée empilée du dispositif illustré par la figure 4. Un élément de fermeture supérieur 28 fait étanchéité avec i) la portion intérieure et la plus haute de la rondelle Belleville 29 de dessus, ii) la portion supérieure du siège de rondelle Belleville de

dessus, et iii) une rondelle 30 sur la vis 31. La vis 31, dont l'extrémité inférieure filetée est reçue dans un trou 32 à filetage interne dans la portion de base 25 du logement 20, assujettit la structure selon la configuration désirée, comme illustré par la figure 4, avec les rondelles Belleville repoussées de façon élastique vers les sièges de rondelles Belleville qui leur correspondent. Comme dans le dispositif illustré par les figures 1 à 3, par ajustement du couple de la vis et des caractéristiques physiques des rondelles Belleville, on peut ajuster la force nécessaire pour déformer élastiquement les rondelles et ouvrir les orifices annulaires allongés entre le bord inférieur extérieur de chaque rondelle Belleville et la surface supérieure extérieure correspondante des sièges de rondelles Belleville correspondants pour ménager un orifice ayant la taille désirée à une pression opératoire déterminée. Dans un dispositif comprenant une configuration empilée telle que celle de la figure 4, les caractéristiques de chaque rondelle Belleville doivent être essentiellement les mêmes pour assurer une pression d'ouverture aussi uniforme que possible ainsi que pour ménager des orifices ayant des caractéristiques opératoires, par exemple des dimensions transversales, essentiellement uniformes, afin que le fluide à traiter soit soumis à des conditions semblables quel que soit l'orifice par lequel il sort.

Lors du fonctionnement, un fluide sous pression contenant des agrégats suivant le trajet indiqué par les flèches de la figure 4 pénètre par l'orifice d'entrée 21, s'écoule dans la chambre centrale 33 dans la portion de base du logement 20 puis s'élève à travers la chambre désignée de façon générale par 34 entourant la tige de la vis 31, puis passe à travers les quatre canaux désignés de façon générale par 35 dans chaque siège de rondelle Belleville pour atteindre les chambres annulaires désignées de façon générale par 36 sur la figure 4, formées entre chaque siège de rondelle Belleville et la rondelle Belleville qui lui correspond. Le liquide sort ensuite entre les orifices annulaires formés entre le bord inférieur extérieur des rondelles Belleville et le bord supérieur extérieur des sièges de rondelles Belleville correspondants sous l'effet de la pression de fluide. Le fluide traité sort alors du logement 20 par la sortie 22. Le trou fileté de purge 37, à l'extrémité supérieure du logement 20, peut être utilisé pour purger les gaz (air) à la demande. Lors du fonctionnement normal, il est fermé pour éviter que le fluide traité ne s'échappe par le sommet du logement.

Lorsqu'on les observe sur la vue en plan de la figure 2, les canaux, désignés de façon générale par 11 dans le dispositif illustré par les figures 1 à 3, sont alignés parallèlement à des rayons partant de l'axe central du dispositif.

Dans le dispositif illustré par les figures 4 et 5, lorsqu'on les observe sur la vue en plan de la figure 5, les canaux, désignés de façon générale par 35, sont représentés décalés d'environ 30° par rapport aux rayons partant de l'axe vertical central du dispositif. On obtient des résultats expérimentaux comparables avec les deux types de canaux. Par conséquent, on préfère les canaux alignés, comme illustré par les figures 1 à 3, en raison de la facilité d'usinage par rapport aux canaux inclinés ou décalés tels que ceux du dispositif des figures 4 et 5.

Bien que les dispositifs décrits ci-dessus illustrés par les figures 1 à 5 soient des modes de réalisation préférés, on peut également utiliser d'autres structures telles que par exemple des dispositifs dans lesquels un des éléments est repoussé vers l'autre par un dispositif hydraulique ou pneumatique.

La figure 6 illustre de façon schématique un dispositif dans lequel un piston 91 à commande pneumatique, monté dans un logement désigné de façon générale par 92, est repoussé de façon élastique vers la portion inférieure 93 du logement 92 par de l'air sous pression pénétrant dans l'espace au-dessus du piston 91 par un canal 94 percé à travers la portion supérieure 95 du logement. Un élément de dispersion supérieur 96 (illustré plus en détail par la figure 6a) est monté sur la face inférieure du piston 91 de façon à se mouvoir avec lui et est assujéti à la face inférieure du piston 91 par une bague de retenue 97 qui est elle-même assujéti au piston 91 par une vis 98.

Un élément de dispersion inférieur 99 est monté sur la portion inférieure 93 du logement 92 et assujéti en place par une bague de retenue 100 qui est elle-même assujéti à la portion inférieure 93 du logement par une vis 101. Un certain nombre de joints toriques, désignés de façon générale par 102, sont utilisés pour l'étanchéité du dispositif. Pour certaines opérations, il peut être souhaitable de connaître la dimension transversale de l'orifice. Dans ce cas, un indicateur de déplacement, tel que celui indiqué en 103 sur la figure 6, peut être utilisé. L'indicateur de la figure 6 est monté de façon que son extrémité inférieure 104 affleure le sommet du piston 91 et se déplace en tandem avec lui. Comme l'élément de dispersion supérieur 96 se déplace également en tandem avec le piston 91, tandis que l'élément de dispersion inférieur 99 demeure fixe, la distance de déplacement du piston, déterminée par l'indicateur de déplacement 103, constitue une mesure de la dimension transversale de l'orifice formé entre l'élément de dispersion supérieur 96 et l'élément de dispersion inférieur 99 lorsque le dispositif fonctionne. La figure 6a est une perspective de l'élément de dispersion supérieur 96 montrant sa structure de façon plus détaillée.

Lors du fonctionnement, un fluide sous pression contenant des agrégats pénètre par l'entrée 105 dans la portion inférieure 93 du logement 92, puis s'élève dans la chambre centrale 106 formée entre l'élément de dispersion supérieur 96 et l'élément de dispersion inférieur 99. Sous la pression du fluide entrant, le piston est repoussé vers le haut en formant un orifice annulaire entre la surface supérieure de l'élément de dispersion inférieur 99 et la portion annulaire inférieure 107 faisant saillie vers le bas de l'élément de dispersion supérieur 96. Lorsque le fluide est forcé à travers l'orifice formé entre les éléments 96 et 99 par la pression du fluide contenant les agrégats, il est soumis à l'action de forces dispersant les agrégats, ce qui produit un milieu dispersé de façon plus uniforme et fine. Après être sorti de la chambre centrale 106, il traverse la chambre extérieure 108 puis quitte le logement 92 par la sortie 109.

Les figures 7 et 8 illustrent deux autres structures en coupe partielle. Sur la figure 7, un élément rigide 200, ayant une section transversale générale en T et monté sur un élément support central désigné de façon générale par 201, coopère avec deux éléments 202 et 203 repoussés de façon élastique qui sont eux-mêmes portés au niveau de leurs bords intérieurs par un élément support central 201. L'élément support central 201 est constitué d'une série d'éléments annulaires empilés selon laquelle l'élément rigide 200 et les éléments repoussés 202 et 203 sont empilés de façon alternée, comme illustré par la figure 7. Le fluide à traiter pénètre dans les chambres annulaires désignées de façon générale par 204 à travers des canaux désignés de façon générale par 205. Comme illustré par la figure 7, une configuration empilée peut être utilisée pour accroître la capacité. Les éléments 202 et 203 peuvent être des rondelles Belleville ou d'autres structures repoussées, de préférence repoussées de façon élastique.

La figure 8 représente un dispositif quelque peu semblable dans lequel un élément central rigide 210, ayant également une section transversale en forme générale de T, mais avec des portions terminales biseautées 211 et 212, est monté sur un élément support central rigide désigné de façon générale par 213. L'élément rigide 210 coopère avec deux éléments élastiques 214 et 215. Sous l'effet de la pression du fluide pénétrant dans les chambres 216 et 217 à travers les canaux 218, les éléments élastiques 214 et 215 se déforment pour former des orifices au point normal de contact entre les éléments 214 et 215 et les portions terminales biseautées respectives 211 et 212 de l'élément rigide 210. Dans le mode de réalisation illustré par la figure 8, les éléments élastiques 214 et 215 peuvent par exemple être des rondelles plates classiques. Dans ce cas également, une configuration empilée peut être utilisée pour accroître la capacité du dispositif. On notera qu'avec les configurations illustrées par les figures 7 et 8, le support central est, dans son ensemble, formé de préférence de sections individuelles que l'on peut empiler de façon répétée pour faciliter le montage du dispositif.

Un autre mode de réalisation selon l'invention est l'emploi de deux rondelles Belleville avec leurs faces concaves en vis-à-vis et re-

poussées de façon élastique l'une vers l'autre, le fluide introduit dans la chambre intérieure formée par les rondelles Belleville associées écartant les rondelles sur leurs surfaces extérieures de contact pour former un orifice annulaire allongé continu. Ce dispositif peut également être utilisé sous une forme empilée pour accroître la capacité, bien que cela ne soit pas préféré car, dans ce dispositif, l'ajustement de l'ouverture des rondelles, pour assurer une ouverture de taille essentiellement uniforme dans la direction transversale, et la régulation de l'ouverture simultanée sont difficiles.

Les matières préférées sont l'acier, en particulier l'acier inoxydable et l'acier à forte teneur en carbone. D'autres matières telles que des plastiques ayant les propriétés requises peuvent également être utilisées. Le choix de matières convenables ayant l'élasticité appropriée et résistant aux conditions opératoires rencontrées est de la compétence du spécialiste de l'art. On préfère l'acier inoxydable en raison de sa résistance à la corrosion.

On peut se procurer dans le commerce les rondelles Belleville appelées parfois également rondelles coniques, disques élastiques ou disques élastiques coniques. Cependant, lorsqu'on utilise des rondelles Belleville comme élément déformable repoussé de façon élastique du dispositif, il peut être préférable, lorsque des tolérances rigoureuses sont souhaitables, de traiter des rondelles Belleville du commerce pour les rendre mieux appropriées à l'emploi. La raison en est que les tolérances et les finitions des rondelles du commerce peuvent ne pas être suffisamment fines pour assurer 1) un appui uniforme du bord extérieur de la rondelle sur le siège et 2) une déformation uniforme de la rondelle sous la pression du fluide à traiter afin de réaliser une dimension transversale ou largeur de l'orifice annulaire aussi uniforme que possible. Par conséquent, il peut être souhaitable de roder la rondelle Belleville là où elle vient en contact avec le siège de rondelle.

On pourra choisir les rondelles appropriées en se référant à la littérature et aux notices des fabricants qui précisent les caractéristiques. Voir par exemple l'article intitulé «Belleville Spring Washers» dans le numéro du 5 août 1963 de Product Engineering, McGraw-Hill Publishing Company Inc. Voir également le brevet des Etats-Unis d'Amérique N° 3 164 164 et de 1982 Spec Handbook of Associated Spring, Barnes Group Inc., pour les caractéristiques précises des matières premières des articles façonnés, et l'article intitulé «Conical-Disc Springs» dans le numéro du 4 septembre 1958 de Machine Design. Dans ce dernier article, les disques élastiques coniques sont définis comme des disques élastiques coniques de section uniforme ayant une conicité initiale, et les rondelles Belleville sont définies de façon plus étroite. Les termes rondelle élastique Belleville ou rondelle Belleville sont employés ici au sens large actuellement admis pour désigner les disques élastiques coniques.

L'élément repoussé utilisé comme composant du dispositif doit réagir dans les conditions opératoires rencontrées de façon à ménager un orifice allongé ayant la dimension transversale ou largeur appropriée. Donc, dans les conditions opératoires utilisées pour un dispositif particulier, la dimension transversale de l'orifice doit être comprise dans la gamme désirée. Par conséquent, lorsqu'on utilise un élément déformable repoussé de façon élastique, tel qu'une rondelle Belleville, il doit être conçu pour le système particulier en tenant compte 1) des conditions opératoires rencontrées, en particulier de la pression, et 2) de la largeur désirée de l'orifice annulaire, comprise dans la gamme de 1 à 1500 μm . On préfère une rondelle Belleville ou un disque élastique ayant des caractéristiques de déflexion soit 1) uniformes, soit 2) régressives dans les conditions opératoires rencontrées. Dans le cas de (1), lorsque la charge augmente, la largeur de l'orifice annulaire s'accroît de façon linéaire, c'est-à-dire que lorsque la pression ou la charge double, la largeur de l'orifice double. Dans le cas de (2), un doublement de la pression ou de la charge provoque un accroissement de la largeur de l'orifice à moins du double de celle observée pour la charge initiale. Une rondelle Belleville ayant des caractéristiques de déflexion progressive dans les conditions opératoires rencontrées est indésirable en raison du risque de retournement de la rondelle avec inversion de sa direc-

tion. Une inversion de la direction de la rondelle n'est pas acceptable car le bon fonctionnement des dispositifs selon l'invention repose sur le maintien de la largeur de l'orifice. Le retournement d'une rondelle entraînerait 1) les passages du fluide non traité à travers le dispositif et 2) nécessiterait le démontage pour une réparation, ce qui est indésirable.

Les dispositifs selon l'invention fonctionnent de façon efficace dans une gamme des pressions différentielles de 345 à 6890 kPa, bien que pour des milieux fluides contenant des agrégats particuliers des gammes plus étroites des pressions soient préférées, comme exposé ci-dessous. On entend par pression différentielle la différence de pression entre le fluide du dispositif en amont de l'orifice annulaire et en aval de l'orifice, la pression d'amont étant supérieure.

Les orifices formés lors du fonctionnement des dispositifs selon l'invention sont allongés et de préférence continus et on préfère particulièrement qu'ils soient annulaires, une limite inférieure pratique de leur longueur étant de 7,62 cm. Donc, les longueurs des orifices sont nettement supérieures à leurs largeurs, de façon typique supérieures de 100 fois ou plus et pouvant atteindre 20 000 fois ou même plus. Par exemple, avec le mode de réalisation préféré, l'emploi d'une rondelle Belleville unique de type 17-7 PH garantie en acier inoxydable AMS 5528 (numéro du catalogue B 2500-120-S dans l'Associated Spring, Barnes Group Inc., 1982 Spec Handbook précité) ayant 1) un diamètre extérieur nominal de 6,35 cm, 2) un diamètre intérieur nominal de 31,75 mm, une hauteur au repos de 4,57 mm mesurée à partir du point le plus haut de la rondelle lorsqu'elle repose sans compression sur une surface plane et le point de contact de la rondelle avec la surface plane, et 3) une épaisseur de la matière première de 3,05 mm, l'orifice annulaire formé lors du fonctionnement du dispositif a une longueur de 19,9 cm. A une pression opératoire située à l'extrémité inférieure de la gamme précitée, c'est-à-dire à une pression différentielle de 345 kPa, la largeur calculée de l'orifice est de 10 μ m et le rapport de la longueur à la largeur de l'orifice est de 20 000 à 1. Avec cette rondelle Belleville particulière, on préfère opérer à une pression différentielle ne dépassant pas 5512 kPa car, aux pressions supérieures à cette valeur, les caractéristiques de charge de la rondelle ne sont pas fiables par suite de l'aplatissement partiel de la rondelle. A une pression différentielle opératoire de 5512 kPa, cette rondelle forme un orifice annulaire et ayant une largeur calculée de 1250 μ m réalisant un rapport de la longueur à la largeur de 160 à 1.

Bien que, comme noté ci-dessus, une gamme des pressions différentielles de 345 à 6890 kPa puisse être utilisée, une gamme plus étroite des pressions opératoires comprises dans la gamme étendue est souhaitable pour des milieux fluides contenant des agrégats particuliers, notamment avec les modes de réalisation préférés du dispositif illustré par les figures. On préfère en général des pressions différentielles opératoires d'au moins 689 kPa car les fluides traités présentent généralement une amélioration des caractéristiques lorsqu'on les traite sous des pressions différentielles de 689 kPa ou plus. Pour certaines opérations, il s'est révélé que des pressions supérieures sont souhaitables. Par exemple, dans la dispersion du noir de carbone, on préfère opérer avec une pression différentielle opératoire minimale de 2756 kPa et, dans une gamme préférée, de 2756 à 4134 kPa.

Les fluides de complétion des puits contenant un agent accroissant la viscosité, tels que l'HEC ou similaires, contiennent de façon typique de 0,2 à 0,25% en poids de l'agent accroissant la viscosité lorsqu'on les injecte dans le puits. Ces fluides peuvent être traités de façon efficace en utilisant les dispositifs à la concentration d'injection, soit à des concentrations plus élevées, par exemple de 0,2 à 1,0% en poids, après quoi on peut les diluer à la concentration désirée avant l'injection dans le puits. Dans un mode de réalisation préféré, le fluide de complétion de puits est traité avec un dispositif selon l'invention, après quoi le fluide traité est dilué — lorsqu'on a traité une forme concentrée du fluide — puis filtré avant l'injection dans le puits. Dans un procédé de traitement combiné préféré, on fait passer à travers le dispositif la forme concentrée du fluide de

complétion de puits contenant jusqu'à 1% de l'agent accroissant la viscosité, tel que l'HEC ou similaires, puis on filtre à travers un filtre épais, par exemple un filtre de microfibrilles de polypropylène sous la forme d'un élément filtrant ondulé ayant par exemple une porosité nominale absolue de 10 μ m. Le fluide de complétion de puits traité et filtré ainsi obtenu est ensuite injecté dans le puits.

Comme noté ci-dessus, lorsqu'on traite un fluide concentré, on préfère diluer le fluide à la concentration à laquelle on l'injecte avant la filtration pour améliorer les caractéristiques de filtration, car, de façon typique, la forme concentrée du fluide de complétion de puits est très visqueuse. Dans le traitement des fluides de complétion de puits contenant un agent accroissant la viscosité, tel que l'HEC ou similaires, il est nécessaire de disperser les gels pratiquement sans effet nuisible sur la viscosité, c'est-à-dire sans diminution supérieure à 10% de la viscosité normalisée exprimée par les viscosités mesurées avec un viscosimètre et dans les conditions indiquées dans «Méthode de détermination de la viscosité» ci-dessous. Pour cette raison, une gamme préférée des pressions différentielles opératoires pour le traitement des fluides de complétion de puits contenant un agent accroissant la viscosité, tel que l'HEC ou similaires, est de 345 à 3962 kPa et mieux de 1378 à 3962 kPa. Aux pressions différentielles supérieures à 3962 kPa, la viscosité du fluide, en particulier pour une concentration en HEC de 0,25% en poids, commence à diminuer de façon indésirable.

Lors du traitement de fluides de complétion de puits contenant un agent accroissant la viscosité, les débits de traitements préférés sont dans la gamme de 75,7 à 378,5 l/min et mieux de 75,7 à 113,5 l/min. Des débits compris dans cette gamme, en particulier vers son extrémité supérieure, font préférer l'emploi d'une configuration empilée telle que celle illustrée par la figure 4 pour obtenir la production désirée à la pression opératoire désirée.

Pour le traitement de fluides contenant un oxyde métallique, tels que ceux utilisés dans la fabrication des bandes magnétiques, on préfère une pression différentielle minimale de 2067 kPa. Comme ces fluides ont des viscosités relativement élevées, on préfère des pressions différentielles opératoires élevées, en particulier de 4134 à 5512 kPa. Les débits préférés pour ces fluides sont compris entre 1,9 et 7,6 l/min.

En général, on préfère la pression opératoire la plus basse permettant de réaliser le traitement désiré, car 1) les facteurs économiques sont plus favorables et 2) il y a moins de risques d'endommager les milieux fluides, par exemple de provoquer une fragmentation indésirable des particules individuelles, telles que les particules d'oxyde métallique aciculaires à taux d'allongement élevé utilisées dans la fabrication des bandes magnétiques.

Les caractéristiques et avantages de l'invention seront mieux compris à la lecture de la description qui va suivre de plusieurs exemples de réalisation. Dans les exemples ainsi que dans toute la description, les parties et pourcentages sont en poids, sauf indication contraire.

Procédés de préparation des compositions et méthodes d'essai utilisées dans les exemples suivants

1) Préparation de compositions aqueuses d'hydroxyéthylcellulose:

On prépare des compositions aqueuses d'hydroxyéthylcellulose (HEC) par addition de la quantité requise de poudre d'HEC à de l'eau (en saupoudrant l'eau de la poudre) en mélangeant avec un mélangeur à hélice. On effectue le mélange à une vitesse modérée pendant un minimum d'environ 3,5 heures (ou comme indiqué par ailleurs) avant d'étudier la composition. On utilise deux types d'HEC: a) le Cellosize QP100M d'Union Carbide Corporation qui est une qualité à dispersion rapide ayant une viscosité apparente de 4000 à 5200 centipoises sous la forme d'une solution aqueuse à 1% à 25°C lorsqu'on la détermine avec un viscosimètre Brookfield LVF avec une tige N° 4 à 39 tr/min, et b) le Natrosol 250HHW d'Hercules Inc. qui est une qualité à dispersion rapide ayant une viscosité apparente de 3400 à 5000 mPa·s sous la forme d'une solution

aqueuse à 1 % à 25°C lorsqu'on la détermine avec le même viscosimètre, la même tige et la même vitesse qu'en a) ci-dessus.

2) Méthode de détermination de la viscosité:

On effectue les mesures de la viscosité des systèmes exposés ci-dessous en utilisant des échantillons de 1,5 ml de la composition dans un viscosimètre Brookfield Model LVT à cône et à plaque avec une tige N° CP42 tournant à 12 tr/min, l'échantillon étant maintenu à 25°C.

3) Méthode de détermination de la filtrabilité:

On verse environ 200 ml du milieu fluide à étudier dans une fiole de filtration à tubulure latérale de 250 ml. On ferme ensuite la fiole avec un bouchon en caoutchouc et on fait passer à travers le bouchon une longueur de 15,2 cm de tube en acier inoxydable de 6,4 mm pour qu'il pénètre dans la solution en s'arrêtant à environ 1,25 cm au-dessus du fond de la fiole. On utilise une longueur de tube plastique souple de 6,4 mm transparent pour raccorder le tube d'acier inoxydable à une ouverture au sommet du logement d'un montage filtrant contenant quatre disques filtrants de 47 mm de diamètre. Ils sont constitués dans l'ordre, d'amont en aval, de 1) un pré-filtre relativement grossier en polypropylène non tissé, 2) un disque filtrant en polypropylène fibreux ayant une porosité nominale absolue de 70 µm et un poids surfacique de 7,43 kg/cm², 3) un disque filtrant de polypropylène fibreux ayant une porosité nominale de 10 µm et un poids surfacique de 2,32 kg/cm², et 4) une membrane filtrante en Nylon ayant une porosité nominale absolue de 1,2 µm.

On humidifie au préalable les disques filtrants décrits ci-dessus avec 3 ml d'éthanol et on fixe avec des boulons le logement du montage au-dessus de la fiole de filtration. On remplit ensuite lentement la canalisation de raccordement (tube d'acier inoxydable et tube plastique) et la portion supérieure du montage avec le milieu fluide contenu dans la fiole, en exerçant une légère pression d'air par la tubulure latérale de la fiole de filtration. Lorsque le fluide commence à s'écouler du trou de purge ménagé dans la portion supérieure du logement du montage filtrant, on ferme le trou. A ce moment, la canalisation raccordant la fiole de filtration et le logement du montage filtrant, dans la portion qui est en amont du premier disque filtrant, sont remplis du milieu fluide à filtrer et débarrassés d'air.

On raccorde ensuite la tubulure latérale de la fiole de filtration à une alimentation d'air régulée avec une tubulaire de plastique de 6,4 mm et on applique une pression d'air de 34 kPa en même temps qu'on déclenche un chronomètre. On recueille le filtrat du montage filtrant et on le mesure en fonction du temps. On note le volume de fluide recueilli dans une éprouvette graduée à 0,1 ml près à des intervalles d'une minute jusqu'à 10 minutes après le début de l'application de la pression de 34 kPa. Après 10 minutes, on note le volume total de filtrat recueilli et on supprime la pression d'air. La «filtrabilité» est ici définie par le volume total de milieu fluide (y compris l'éthanol) exprimé en millilitres ayant traversé le filtre et ayant été recueilli en 10 minutes.

Dans les exemples suivants, la rondelle utilisée dans tous les essais, à l'exception de 5b, est celle précédemment décrite, c'est-à-dire la rondelle appelée B-2500-120-S dans le Spec Handbook précédemment mentionné. Pour l'essai de l'échantillon 5b, la rondelle Belleville utilisée est en acier inoxydable de même nuance mais appelée B-2500-080-S et ayant les mêmes dimensions physiques nominales à l'état non comprimé que la rondelle B-2500-120-S, si ce n'est que l'épaisseur de la matière, t , est de 2,03 mm et la hauteur, H , est de 4,06 mm. Par conséquent, la constante élastique est inférieure à celle de la rondelle B-2500-120-S.

Exemple 1:

Pour illustrer les capacités d'un dispositif selon l'invention à disperser les particules aciculaires ou allongées ayant des rapports d'allongement relativement élevés, sans destruction des particules individuelles, c'est-à-dire sans fragmentation des particules ni destruction

de leur taux d'allongement élevé, on opère comme suit en utilisant l'appareil illustré par les figures 1 à 3.

A 3480 g d'une solution aqueuse à 1 % de Triton X-100 (agent tensio-actif qui est un produit d'addition de l'oxyde d'éthylène et du nonylphénol dans un rapport molaire d'environ 10 à 1, fourni par Rohm and Haas Company), on ajoute 303 g de particules de bioxyde de chrome ayant une longueur des particules de 0,6 à 0,8 µm et un taux d'allongement de 10-15:1, c'est-à-dire que la longueur des particules est égale à 10 à 15 fois leur diamètre, pour former une suspension contenant 8 % de bioxyde de chrome. Le bioxyde de chrome, sous cette forme, est fourni par E.I. Du Pont de Nemours and Company sous la désignation A-500-01 et on l'utilise dans la fabrication de bandes magnétiques de haute fidélité.

On agite doucement à la main la suspension obtenue, puis on prélève un échantillon de la suspension qu'on dilue encore avec une solution aqueuse à 0,1 % de Triton X-100 pour abaisser la concentration en oxyde de chrome à une valeur d'environ 8×10^{-4} %. On filtre ensuite 5 ml de cette suspension ayant une concentration en oxyde de chrome de 8×10^{-4} à travers une membrane de polycarbonate de 0,2 µm (fournie par Nuclepore Corporation).

On fait passer une portion de la suspension à 8 % en poids de bioxyde de chrome décrite ci-dessus à travers le dispositif illustré par les figures 1 à 3 sous une pression différentielle de 2412 kPa à un débit approximatif de 11,4 l/min. On recueille des échantillons 1) après un passage et 2) après trois passages à travers le dispositif. On dilue ensuite séparément, comme indiqué ci-dessus, les échantillons recueillis pour obtenir des suspensions ayant une concentration en bioxyde de chrome d'environ 8×10^{-4} %. On filtre ensuite séparément les suspensions diluées à travers une membrane Nuclepore de 0,2 µm.

On peut constater un accroissement notable des caractéristiques de dispersion après un passage de la suspension de bioxyde de chrome à travers le dispositif de l'invention. Les agrégats sont, dans une grande mesure, nettement plus petits et plus lâches que la matière mélangée à la main, même après un passage. Après trois passages, la dispersion des agrégats est encore accrue, comme l'indique l'absence relative de gros amas de particules de bioxyde de chrome par rapport au témoin mélangé à la main. De plus, les particules individuelles de bioxyde de chrome conservent leur taux d'allongement élevé, c'est-à-dire ne présentent pratiquement pas de fragmentation des particules individuelles de bioxyde de chrome, même après trois passages à travers le dispositif.

Cet exemple démontre que le dispositif et le procédé permettent d'obtenir un taux élevé de dispersion d'agrégats de particules aciculaires essentiellement sans fragmentation des particules elles-mêmes, ce qui est une caractéristique très souhaitable et en fait nécessaire d'un dispositif utilisé pour disperser des particules d'oxyde métallique ayant un taux d'allongement élevé destinées à l'emploi dans la fabrication d'une bande magnétique de haute fidélité.

Exemple 2:

On utilise également le dispositif illustré par les figures 1 à 3 pour disperser du noir de carbone selon le procédé décrit ci-dessous pour montrer que l'on peut obtenir des taux élevés de dispersion des agrégats de matières pigmentaires. On utilise le mode opératoire suivant.

On ajoute 6,5 g de Triton X-100 à 6,5 l d'eau en mélangeant avec un agitateur à hélice. Après dissolution du Triton X-100, on ajoute à la solution de Triton X-100 0,065 g de noir de carbone ayant une taille moyenne des particules d'environ 13 nm et une surface spécifique BET d'environ 460 m²/g (fourni par la Compagnie d'Allemagne de l'Ouest Degussa sous la désignation FW200) et on mélange pendant un minimum de 15 minutes avec le même agitateur à hélice. On soumet la dispersion de noir de carbone à environ 0,001 % à une analyse colorimétrique avec un colorimètre Klett Summerson (Model 900-3). Après dilution au dixième d'une portion de la dispersion, c'est-à-dire dilution de 10 ml de la dispersion de noir de carbone à un volume de 100 ml par addition de 90 ml d'une solution aqueuse à 0,1 % de Triton X-100, on soumet à nouveau la dispersion

de noir de carbone (à environ 0,0001% de noir de carbone) à une analyse colorimétrique avec le colorimètre Klett Summerson (Model 900-3). On fait ensuite passer le reste de la dispersion non diluée à travers le dispositif illustré par les figures 1 à 3 à un débit de 11,4 l/min et sous une pression différentielle de 2067 kPa, puis on soumet la dispersion obtenue à une analyse colorimétrique. On dilue au dixième comme ci-dessus un échantillon de cette dispersion (après qu'elle a traversé une fois le dispositif) et on effectue à nouveau une analyse colorimétrique.

De façon semblable, on fait passer le reste de la dispersion non diluée à travers le dispositif une seconde fois au même débit et à la même pression, on soumet la dispersion obtenue à une analyse colorimétrique et on prélève un échantillon de la dispersion (après qu'elle a traversé deux fois le dispositif), puis on la dilue à nouveau au dixième comme ci-dessus et on effectue à nouveau une analyse colorimétrique. Finalement, on fait passer une troisième fois le reste de la dispersion (après prélèvement des échantillons comme indiqué ci-dessus) avec la même pression et le même débit. On soumet la dispersion obtenue à une analyse colorimétrique. On prélève ensuite un échantillon de la dispersion (après qu'elle a traversé trois fois le dispositif), on la dilue à nouveau au dixième comme ci-dessus et on effectue à nouveau une analyse colorimétrique. Les résultats figurent dans le tableau I ci-dessous.

Tableau I

Nombre de passages dans le système	Pourcentage pondéral de noir de carbone dans la dispersion	Valeur colorimétrique
0	0,001	33
	0,0001	6
1	0,001	397
	0,0001	39,5
2	0,001	715
	0,0001	71
3	0,001	720
	0,0001	72,5

En ce qui concerne les résultats qui figurent ci-dessus, plus la valeur colorimétrique est élevée, meilleure est la dispersion. Comme le montre le tableau I, on obtient des taux de dispersion nettement améliorés après deux passages, puis une amélioration additionnelle très limitée après un troisième passage à travers le dispositif.

Exemple 3:

On ajoute 18,9 g de Triton X-100 à 18,9 l d'eau en mélangeant avec un agitateur à hélice. Après dissolution du Triton X-100, on ajoute à la solution de Triton X-100 0,189 g de noir de carbone (FW200 de Degussa Corporation) et on mélange avec l'agitateur à hélice pendant au minimum 30 minutes.

On traite la composition (dispersion) aqueuse obtenue par passage à travers le dispositif illustré par les figures 1 à 3 (mais en utilisant l'élément de fermeture, la rondelle Belleville et le siège de rondelle Belleville avec les canaux inclinés ou obliques du dispositif illustré par les figures 4 et 5, dans le dispositif illustré par les figures 1 à 3) avec un débit d'environ 11,4 l/min en utilisant une pompe volumétrique à piston (Model 280 «Cat», fournie par Cat Pumps Corporation) aux diverses pressions opératoires mentionnées dans le tableau II ci-dessous. *Nota:* la gamme des pressions est obtenue à un débit constant par variation du couple exercé sur la vis 6 servant à repousser de façon élastique la rondelle Belleville 3 vers le siège 2 de rondelle Belleville. On effectue des mesures colorimétriques des compositions traitées en utilisant le même colorimètre Klett Summerson que dans l'exemple 2 ci-dessus. Les résultats figurent dans le tableau 2 ci-dessous et sont également illustrés par la figure 9. Les résultats indiquent que la pression différentielle opératoire minimale préférée pour la dispersion du noir de carbone est supérieure à environ 2756 kPa, une gamme préférée étant de 2756 à 4134 kPa. Comme le montre la figure 9, les valeurs colorimétriques commencent à s'abaisser à une pression différentielle supérieure à 4134 kPa. Sans souhaiter se lier par une quelconque théorie, il semble que le taux de dispersion du noir de carbone à ces pressions élevées peut avoir été si important qu'une portion des particules de noir de carbone ait une taille inférieure à la longueur d'onde de la lumière visible, produisant une diminution de la valeur colorimétrique.

Tableau II

Echantillon	Pression différentielle du fluide (kPa)	Valeur colorimétrique
a (témoin)		318
b	1929	800
c	2825	975
d	4134	930
e	5271	900
f	930	570
g	1998	780
h	2425	800
i	4754	890

Exemple 4:

On prépare une composition mère contenant 0,25% d'HEC (Cellosize QP100M) selon le procédé décrit ci-dessus. On détermine la viscosité et la filtrabilité d'une portion de cette composition mère selon les procédés également décrits ci-dessus.

On prépare des compositions diluées d'HEC dans l'eau par dilution de la composition mère avec de l'eau pour former des compositions contenant 1) 0,125% d'HEC et 2) 0,0625% d'HEC. On détermine de façon semblable la viscosité et la filtrabilité de ces compositions diluées. Les résultats figurent dans le tableau III ci-dessous:

Tableau III

Echantillon	Concentration en HEC (% en poids)	Filtrabilité (ml)	Amélioration en % par rapport au témoin (à 0,25% d'HEC)	Viscosité (mPa · s)	Viscosité normalisée ¹
4a	0,25	30,2	—	27,0	1,000
4b	0,125	54,6	81	8,3	0,307
4c	0,0625	91,7	204	2,75	0,102

¹ On obtient les viscosités normalisées par division de la viscosité des milieux fluides traités par celle des milieux fluides de base (dans ce cas, la composition à 0,25% d'HEC non traitée).

Cet exemple montre qu'avec les compositions aqueuses à base d'HEC non traitées préparées par une simple opération de mélange, il est nécessaire de diluer une composition à 0,25% d'HEC au quart

de sa concentration initiale pour accroître sa filtrabilité d'un facteur d'environ 3, c'est-à-dire de 30,2 ml à 91,7 ml. La figure 10 présente un graphique de la viscosité en fonction de la filtrabilité pour les échantillons non traités 4a-4c du tableau III.

Exemple 5 :

On traite un milieu fluide aqueux contenant 0,25% d'HEC (Cellosize QP100M) en le faisant passer à travers le même système que dans l'exemple 3 dans les conditions décrites dans le tableau IV ci-dessous. La filtrabilité et la viscosité normalisée, en fonction de la pression, sont illustrées par la figure 12.

Un graphique de la viscosité en fonction de la filtrabilité pour les échantillons du tableau IV ci-dessous est illustré par la figure 10. Une comparaison des courbes des échantillons de l'exemple 5 (tableau IV) et des échantillons non traités de l'exemple 4 (ta-

bleau III) illustre l'amélioration considérable de la filtrabilité qu'on peut obtenir grâce au procédé. Les résultats illustrés par la figure 10 fournissent les indications suivantes :

- 1) On ne peut obtenir, dans des compositions non traitées, des 5 filtrabilités comparables à celles obtenues avec des compositions d'HEC traitées selon le procédé qu'en diminuant considérablement les concentrations en HEC, ce qui entraîne une diminution indésirable de la viscosité, et
- 2) le traitement des compositions d'HEC selon le procédé amé- 10 liore la filtrabilité sans nuire à la viscosité de façon notable, c'est-à-dire d'environ 10% ou plus.

Tableau IV

Echantillon	Débit (l/min)	Pression différentielle du fluide (kPa)	Filtrabilité (ml)	Amélioration (%)	Viscosité (mPa · s)	Viscosité normalisée
5a	Témoin	—	29,2	—	27,3	1,000
5b	2,2	327	61,4	110	27,1	0,993
5c	12,7	1791	74,4	155	26,75	0,980
5d	24,7	1860	78,3	168	25,5	0,934
5e	Témoin	—	34,9	—	27,1	1,000
5f	2,5	1047	58,6	68	27,5	1,014
5g	Témoin	—	25,8	—	30,0	1,000
5h	10,7	4582	80,6	212	25,0	0,833
5i	11,85	5374	82,6	220	24,3	0,810

Exemple 6 :

On fait passer des compositions aqueuses contenant 0,25% d'HEC (Natrosol 250 HHW) préparées selon le procédé décrit ci-dessus à travers le même dispositif que celui utilisé dans l'exemple 3

- ci-dessus dans les conditions indiquées dans le tableau V ci-après. 30 On recueille le fluide après un passage à travers le système et on mesure la viscosité et la filtrabilité selon les procédés décrits ci-dessus. Les résultats sont présentés dans le tableau V et illustrés par la figure 11.

Tableau V

Echantillon	Débit (l/min)	Pression différentielle du fluide (kPa)	Filtrabilité (ml)	Amélioration (%)	Viscosité (mPa · s)	Viscosité normalisée
6a	Témoin	—	39,5	—	26,0	1,000
6b	11,2	2170	58,3	48	26,2	1,008
6c	11,2	4017	72,0	84	23,5	0,903
6d	11,6	5271	85,8	119	22,8	0,877

Exemple 7 :

On prépare une composition aqueuse à 1% en poids d'HEC (Cellosize QP100M) par addition de 3,78 kg d'HEC à 374,8 kg d'eau en mélangeant avec un mélangeur à hélice selon le procédé décrit ci-dessus. On poursuit le mélange de la solution pendant une nuit, puis on la traite avec le dispositif illustré par les figures 4 et 5. On fait

- passer une portion de la composition aqueuse à 1% en poids d'HEC à travers le dispositif avec la pression et le débit indiqués dans le tableau VI. On dilue séparément à 0,25% d'HEC un échantillon du fluide recueilli en aval du dispositif et un échantillon comparatif de 50 la composition avant passage à travers le dispositif et on détermine la filtrabilité et la viscosité des compositions diluées à 0,25% d'HEC. Les résultats figurent dans le tableau VI.

Tableau VI

Echantillon	Débit (l/min)	Pression différentielle du fluide (kPa)	Filtrabilité (ml)	Amélioration (%)	Viscosité (mPa · s)	Viscosité normalisée
7a	60,6	1895	46,8	80	27,3	0,97
7b	Témoin	—	26,0	—	28,15	1,0

Exemple 8 :

Cet exemple démontre que le dispositif illustré par les figures 4 et 5 accroît notablement la filtrabilité d'une composition à 1% d'HEC (de 80%) en n'ayant qu'un effet mineur sur la viscosité de la composition diluée, 27,3 mPa · s par rapport à 28,15 mPa · s.

- 65 On traite un milieu fluide aqueux contenant 0,25% d'HEC (Cellosize QP100M) en le faisant passer à travers un dispositif du type illustré par les figures 6 et 6a dans les conditions indiquées dans le tableau VII ci-dessous. Dans le dispositif utilisé dans cet exemple, le

canal à travers lequel l'air pénètre dans l'espace au-dessus du piston est percé à travers l'arrière de la portion supérieure du logement et

non à travers le côté, comme illustré par les figures 6 et 6a. Les résultats sont illustrés par la figure 12.

Tableau VII

Echantillon	Débit (l/min)	Pression différentielle du fluide (kPa)	Filtrabilité (ml)	Amélioration (%)	Viscosité (mPa · s)	Viscosité normalisée
8a	9,16	2584	69,8	100	26,1	0,963
8b	0,08	145	35,8	21	28,0	1,009
8c	0,87	138	48,2	63	25,65	0,924
8d	0,38	5512	123,4	318	21,4	0,771
8e	2,83	5443	115,0	290	21,5	0,775
8f	Témoin	—	29,5	—	27,75	1,000
8g	Témoin	—	34,9	—	27,1	1,000
8h	8,90	1998	63,4	82	26,6	0,982
8i	9,84	537	50,2	44	26,9	0,993

Exemple 9:

Selon la méthode de détermination de la filtrabilité décrite ci-dessus, on détermine la filtrabilité à travers des milieux filtrants de tailles différentes d'échantillons de compositions aqueuses à 0,25% d'HEC (Cellosize QP100M) traitées (par passage de la composition à travers le même dispositif que celui utilisé dans l'exemple 3 ci-dessus) ou non traitées. On fait passer les échantillons traités à

travers le dispositif décrit dans l'exemple 3 avec une pression différentielle de 3858 kPa et un débit de 18 l/min. Avec le premier échantillon (comme indiqué dans le tableau VIII ci-dessous), le disque filtrant final a une porosité nominale absolue de 1,2 µm. Avec les échantillons 9b et 9c, les disques filtrants finals ont respectivement des porosités nominales absolues de 0,8 à 0,65 µm. Les résultats figurent dans le tableau VIII ci-dessous.

Tableau VIII

Echantillon	Taille des pores (µm)	Filtrabilité		Amélioration (%)
		traité (ml)	non traité (ml)	
9a	1,2	106,3	32,1	231
9b	0,8	50,0	11,5	335
9c	0,65	43,1	8,9	384

Les filtrabilités obtenues dans les diverses expériences avec de l'HEC à 0,25% sont exprimées par les pourcentages d'amélioration de la filtrabilité et sont représentées en fonction de la pression sur la figure 12. Les valeurs de la viscosité normalisée en fonction de la pression sont également illustrées par la figure 12. La viscosité normalisée est obtenue par division de la viscosité de la solution traitée par celle du témoin non traité. Les courbes de la figure 12, lorsqu'on les superpose, délimitent une région opératoire optimale pour le traitement d'HEC définie par une pression différentielle supérieure de 3962 kPa, une viscosité normalisée d'environ 0,9 et une pression différentielle inférieure de 345 kPa avec une amélioration de la filtrabilité supérieure à environ 25% et mieux une pression différentielle de 1378 à 3962 kPa.

Au-dessus de la pression optimale, l'amélioration de la filtrabilité n'est obtenue qu'au prix d'une diminution notable (supérieure à environ 10%) et indésirable de la viscosité normalisée. En dessous de la pression opératoire minimale optimale, la viscosité normalisée n'est pas notablement réduite mais la filtrabilité n'est pas accrue de façon importante. On notera que, dans la région opératoire optimale définie ci-dessus, une petite variation de la viscosité normalisée (environ 10% ou moins) provoque une amélioration notable de la filtrabilité d'au moins environ 25%. Dans la gamme définie de façon plus étroite de 1378 à 3962 kPa, l'amélioration de la filtrabilité est comprise entre 95% et 225%. Cela est remarquable si l'on considère qu'avec une solution semblable d'HEC non traitée, on ne peut obtenir une amélioration de la filtrabilité qu'en abaissant la concentration d'HEC de quatre fois de 0,25% d'HEC à 0,0625%, comme le montre la figure 10.

Il semble que l'effet remarquable ci-dessus sur la filtrabilité soit dû à un décalage de la distribution de la taille des particules de gel vers une fraction de gel plus petite et mieux dispersée. Ce décalage

ne s'accompagne que d'un changement minime de la viscosité apparente. Ce décalage de la distribution de la taille du gel est illustré par les résultats de l'exemple 9. Lorsqu'on soumet les solutions traitée et non traitée à une filtration avec des membranes progressivement plus fines dont la taille des pores est connue et qu'on mesure la quantité d'effluent recueillie dans un temps donné à travers chaque membrane de taille de pores différente, il est évident que, lorsque la taille des pores des membranes s'abaisse de 1,2 µm à 0,65 µm, la quantité d'effluent recueillie pour un échantillon que l'on a traité avec le dispositif utilisé dans l'exemple 3 est supérieure à la quantité recueillie avec un échantillon non traité. Les résultats regroupés dans le tableau 8 le démontrent.

Exemple 10:

Essai d'abrasion en fonctionnement prolongé:

On mouille avec 200 ml d'eau 36,0 g de poussière fine d'essai AC (AC Spark Plug Division, General Motors Corporation) ayant les caractéristiques indiquées dans le tableau IX ci-dessous, on agite et on ajoute à 6 l d'une solution à 0,25% d'HEC (Cellosize QP100M) préparée selon le procédé décrit ci-dessus. On mélange ensuite la composition obtenue pendant environ 10 minutes avec un mélangeur Cowles. On ajoute ensuite ce mélange à 67,4 l d'une solution à 0,25% d'HEC (Cellosize QP100M) préparée de façon semblable et on agite avec un mélangeur à hélice. La composition obtenue a une concentration en poussière fine d'essai AC d'environ 490 ppm. On fait circuler cette solution à travers le dispositif illustré par les figures 1 à 3 pendant environ 6 heures à un débit de 11,4 l/min avec une pression différentielle de 2274 kPa. Après 6 heures de fonctionnement, on vidange le dispositif et on remplace la composition d'essai par une charge identique constituée d'environ 490 ppm de

poussière fine d'essai AC dans une solution à 0,25% d'HEC. On fait circuler cette nouvelle solution pendant encore 6 heures avec le même débit et la même pression. Les deux dispositifs d'essai fonctionnent submergés dans la composition fluide circulante. Après une durée totale de fonctionnement de 12 heures, on démonte le dispositif et on l'examine. On n'observe pas d'accumulation de particules de saleté dans la chambre annulaire 12 ni au voisinage de l'orifice formé entre la rondelle Belleville et le siège de rondelle Belleville.

On fait ensuite passer à travers le dispositif une charge fraîche de solution à 0,25% d'HEC (ne contenant pas de poussière d'essai) à 11,4 l/min et sous une pression différentielle de 1998 kPa. On détermine la filtrabilité et la viscosité de l'échantillon sans poussière traité et d'un témoin non traité de la même composition à 0,25% d'HEC sans poussière selon les modes opératoires décrits ci-dessus. Après 12 heures de fonctionnement avec une composition contenant une poussière abrasive, le dispositif améliore de 94% la filtrabilité d'une composition à 0,25% d'HEC avec une diminution de la viscosité d'environ 10%, ces résultats étant comparables à ceux obtenus avec ce dispositif avant l'essai prolongé d'abrasion. On n'observe pratiquement pas de dégradation ni d'usure du dispositif lorsqu'on examine le dispositif après 12 heures de fonctionnement dans l'environnement abrasif. On observe un éraillage minime du siège de la rondelle et de la rondelle Belleville sur leurs bords extérieurs, mais on n'observe pas d'usure notable, et l'aptitude au fonctionnement du dispositif est inchangée.

Tableau IX

Caractéristiques de la poussière fine d'essai AC	
0-5 micromètres	$39 \pm 2\%$
5-10 micromètres	$18 \pm 3\%$
10-20 micromètres	$16 \pm 3\%$
20-40 micromètres	$18 \pm 3\%$
40-80 micromètres	$9 \pm 3\%$

Applications industrielles:

Le dispositif et le procédé selon l'invention sont utiles dans diverses applications industrielles. Celles-ci comprennent 1) le traitement des fluides de traitement des puits de pétrole et de gaz, tels que des saumures rendues visqueuses contenant de l'hydroxyéthylcellulose, pour réduire la taille des agrégats de gel et diminuer le colmatage des filtres, 2) la préparation de dispersions de mélanges d'oxydes métalliques et de résines, utilisées dans la préparation des bandes magnétiques, et la dispersion des agrégats formés dans ces dispersions pour qu'elles aient moins tendance à colmater les filtres, 3) la dispersion de pigments, tels que le noir de carbone, utilisés dans la composition des peintures, et 4) le traitement des compositions de filage et de coulée des polymères avant leur emploi dans la fabrication des fibres filées et des pellicules.

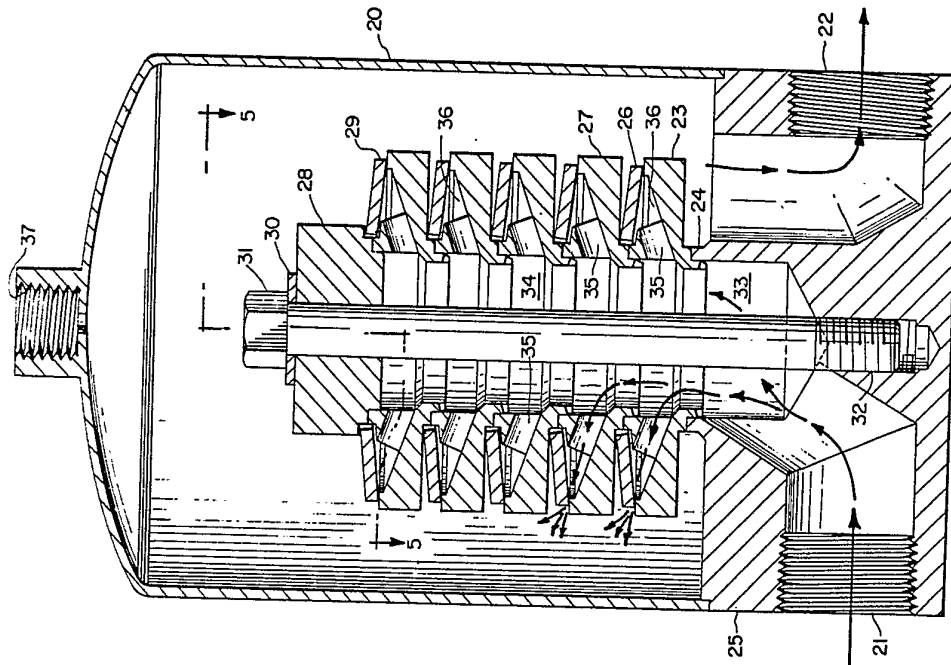


FIG. 4

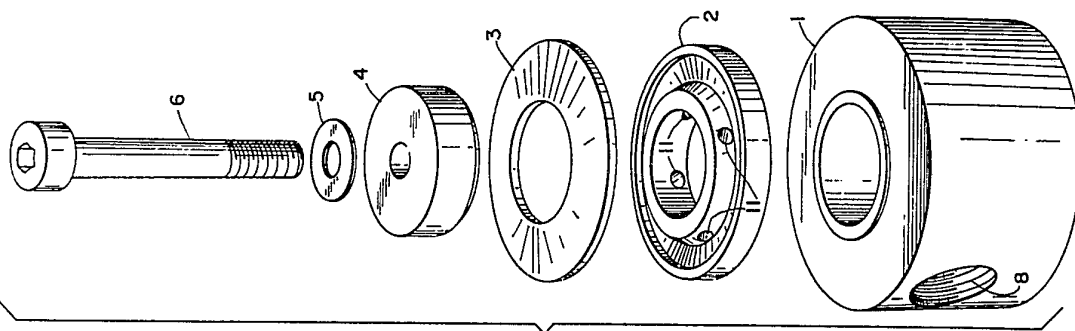


FIG. 3

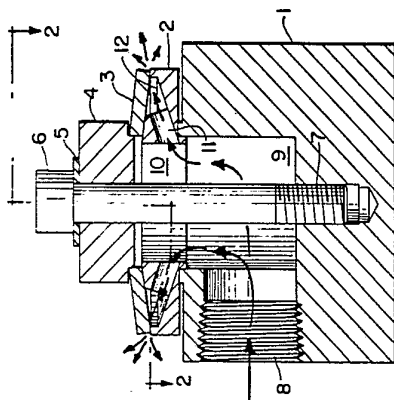


FIG. 1

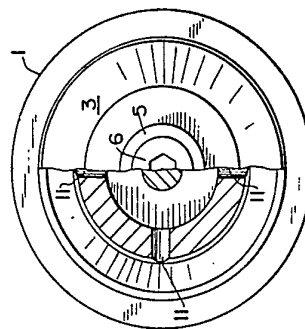


FIG. 2

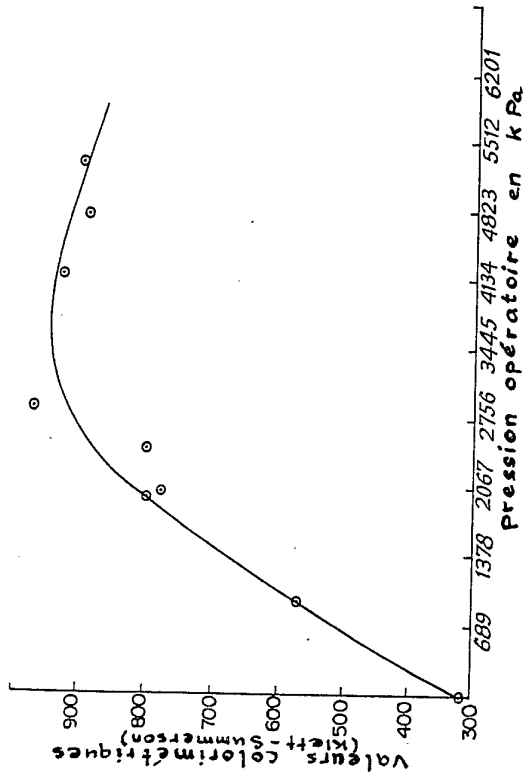


FIG. 9

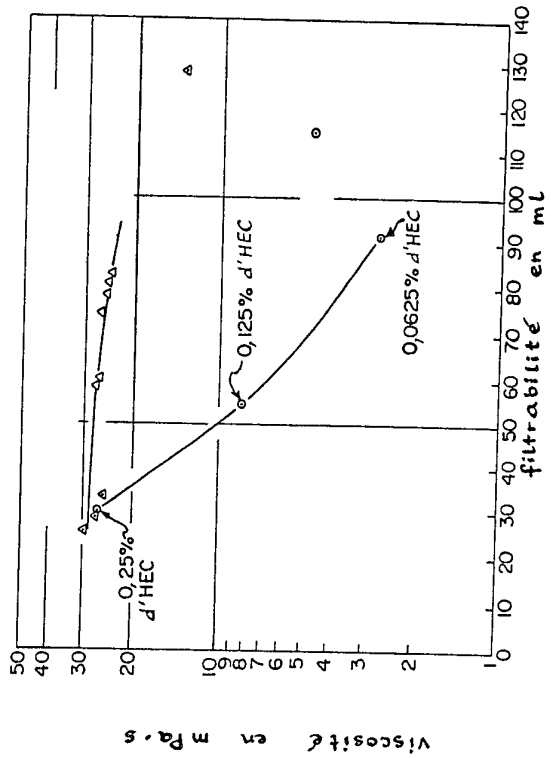


FIG. 10

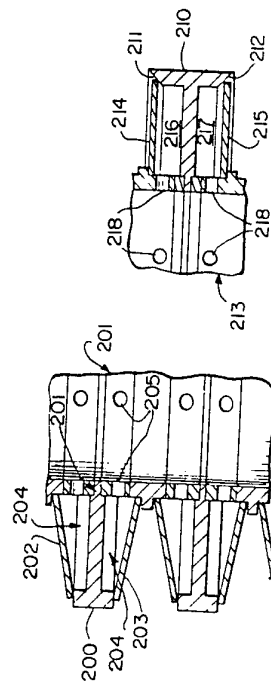
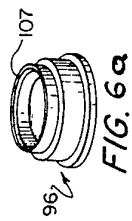
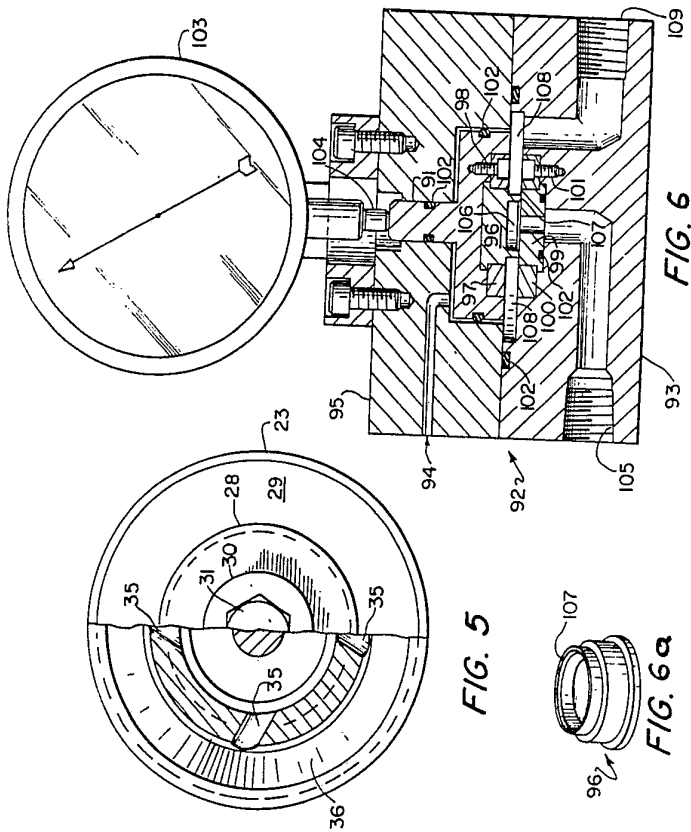


FIG. 8

FIG. 7

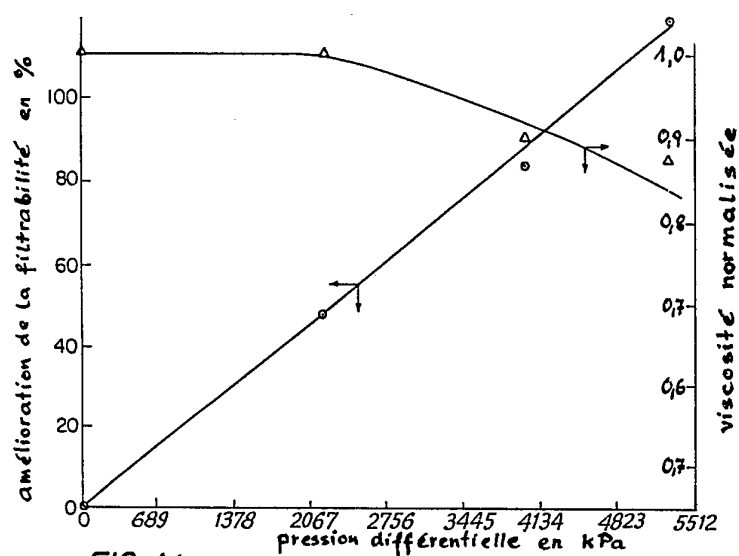


FIG. 11

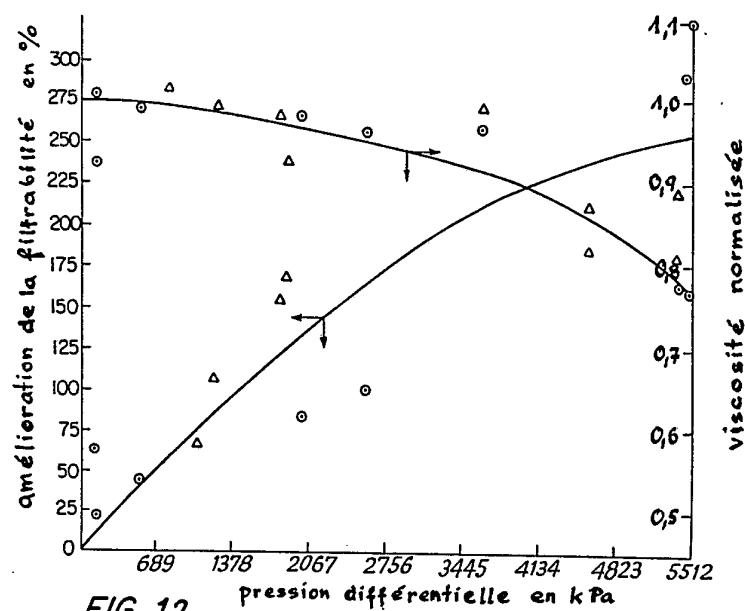


FIG. 12