



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0510064-0 B1

(22) Data do Depósito: 21/04/2005

(45) Data de Concessão: 10/11/2015

(RPI 2340)



* B R P I 0 5 1 0 0 6 4 B 1 *

(54) Título: SUPORTE POROSO E MEMBRANA PARA A FILTRAÇÃO TANGENCIAL DE UM FLUIDO A TRATAR .

(51) Int.Cl.: B01D 63/06; B01D 71/02; B01D 61/14; C04B 38/00

(30) Prioridade Unionista: 23/04/2004 FR 0404307

(73) Titular(es): TECHNOLOGIES AVANCEES ET MEMBRANES INDUSTRIELLES

(72) Inventor(es): PHILIPPE LESCOCHE

“SUPORTE POROSO E MEMBRANA PARA A FILTRAÇÃO TANGENCIAL DE UM FLUIDO A TRATAR”

[0001] A presente invenção refere-se ao domínio técnico da separação tangencial empregando elementos de separação denominados geralmente membranas. Essas membranas são geralmente realizadas a partir de materiais inorgânicos e constituídas de um suporte poroso e de pelo menos uma camada separadora cuja natureza e morfologia são adaptadas para assegurar a separação das moléculas ou das partículas contidas no meio fluido a tratar. A separação por membranas separa um líquido contendo moléculas e/ou partículas em duas partes: uma parte de permeado contendo as moléculas ou partículas que atravessaram a membrana, e então o suporte e a camada separadora, e uma parte de retido contendo moléculas ou partículas retidas pela membrana.

[0002] O objeto da invenção visa, mais precisamente, a realização de um suporte poroso e de uma membrana que integra um tal suporte.

[0003] Uma membrana é uma estrutura material que permite a interrupção ou a passagem seletiva sob o efeito de uma força motriz de transferência de substâncias entre os volumes de fluido que ela separa.

[0004] O nome da separação efetuada depende da força motriz de transferência. Se a força motriz de transferência for:

[0005] - um campo elétrico, a separação é denominada eletrodialise,

[0006] - uma pressão, a separação é denominada microfiltração, ultrafiltração, nanofiltração ou osmose inversa,

[0007] - uma diferença de potencial química, a separação é denominada diálise.

[0008] O objeto da invenção encontra uma aplicação particularmente vantajosa no domínio da nanofiltração, da ultrafiltração, da microfiltração, da filtração ou da osmose inversa. A separação por membranas encontra duas principais aplicações :

[0009] - a extração no caso em que as moléculas ou partículas que se deseja valorizar atravessam a membrana,

[0010] - a concentração no caso em que as moléculas ou partículas que se deseja valorizar são retidas pela membrana.

[0011] De uma maneira clássica, uma membrana se define pela associação de um suporte poroso de material inorgânico, tal como de cerâmica, e de uma ou várias camadas separadoras em material inorgânico. O suporte apresenta uma superfície orientada para o fluido a tratar e então de entrada do permeado e uma superfície de saída do permeado. A ou as camadas separadoras são depositadas sobre a superfície orientada para o fluido a tratar e ligadas entre si e ao suporte, por sinterização. Estes tipos de membrana são denominados membrana compósita. Essas membranas podem adotar diferentes geometrias, notadamente planas ou tubulares. O papel das camadas é assegurar a separação das espécies moleculares ou particuladas, enquanto que o papel do suporte é permitir, por sua resistência mecânica, a realização de camadas de pequena espessura.

[0012] Se se considera que uma membrana é dotada de poros que se estendem sobre toda sua espessura, transversalmente à direção de circulação, esses poros têm geralmente uma morfologia assimétrica (ou do tipo «torre Eiffel»), a parte a mais estreita estando em contato com o fluido a tratar. Esta morfologia permite ter um diâmetro de poro mínimo na parte ativa do poro por conseqüências uma permeabilidade máxima. Esta morfologia é obtida, no caso das membranas cerâmicas, por empilhamento de meios porosos de granulometria decrescente, sobre o suporte poroso.

[0013] Quando a força atuante é uma pressão, a separação é unicamente física. As moléculas ou partículas não são modificadas e mantidas em seu estado inicial. As moléculas ou partículas detidas pela membrana se depositam na superfície da membrana e realizam uma obstrução que pode ser muito severa.

[0014] Para reduzir esta última, existem duas tecnologias:

[0015] - a desobstrução tangencial para a qual o líquido a tratar circula tangencialmente à superfície da membrana. Esta circulação faz surgir um atrito que acresce o coeficiente de transferência,

[0016] - a retrofiltração que consiste em reenviar no sentido inverso através da membrana, uma parte do líquido filtrado.

[0017] Atualmente, as instalações industriais com membranas utilizam a

desobstrução tangencial sozinha ou associada com a retrofiltração. Porém, qualquer que seja a técnica de desobstrução utilizada, as curvas de permeabilidade em função do tempo têm sempre o aspecto da curva apresentada na Fig. 1. Uma queda brutal de permeabilidade é observada nos primeiros instantes de funcionamento da membrana. Esta queda se estabiliza e termina por um pseudo-patamar. A relação entre o valor da permeabilidade após 720 minutos de funcionamento e aquela após 4 minutos, é de 20. A dimensão desta queda mostra que os sistemas de desobstrução atuais não são satisfatórios, apesar deles permitirem obter valores de permeabilidade suficientes para serem economicamente aceitáveis.

[0018] A explicação desta queda de permeabilidade ao longo do tempo está na natureza da obstrução. Com efeito, dois tipos de obstrução aparecem: a obstrução de superfície e a obstrução de profundidade. A obstrução de superfície é limitada pela circulação tangencial do fluido a tratar, pois esta última acarreta um atrito do fluido a tratar sobre a superfície de circulação, eliminando assim o depósito existente sobre a superfície. A retrofiltração deveria por princípio ser capaz de deslocar partículas fisicamente fixadas no interior da membrana e assim limitar a obstrução de profundidade. Entretanto, a morfologia particular dos elementos constitutivos da membrana, formando uma rede interconectada de poros, reduz esta possibilidade.

[0019] Os dois métodos de desobstrução não são então inteiramente satisfatórios. Os primeiros instantes do funcionamento da membrana são a razão desta eficácia limitada. Com efeito no exemplo acima, a permeabilidade da membrana decresce do valor da permeabilidade na água ao valor da permeabilidade no produto. A razão entre esses dois valores é de cerca de 20. As partículas, moléculas chegam à superfície da membrana com uma velocidade que é igual à relação da vazão pela superfície filtrante. Nos primeiros instantes de funcionamento, esta velocidade é máxima e a quantidade de movimento de uma partícula ou molécula é igualmente máxima. Quando o choque com a parede se realiza, a partícula ou molécula penetrará tanto mais profundamente no interior da membrana quanto maior for sua quantidade de movimento. Ora, uma partícula ou molécula que penetra na membrana é inacessível à desobstrução tangencial. Ela é tanto mais

difícilmente eliminável por retrofiltração quanto mais profunda for sua penetração.

[0020] É necessário então evitar esta penetração das partículas, moléculas na membrana.

[0021] Neste contexto, a presente invenção propõe uma solução que permite evitar esta penetração e prevê limitar a permeabilidade do suporte e assim da membrana, quando este último é associado a uma camada de separação para formar uma membrana.

[0022] A presente invenção tem por objeto um suporte poroso, para a filtração tangencial de um fluido a tratar, apresentando pelo menos uma superfície orientada para o fluido a tratar circulando segundo uma direção de circulação e uma superfície de saída para uma fração denominada permeado que atravessa o suporte poroso. Este suporte é obtido por modificação e, em particular por obstrução parcial, de um suporte inicial, e apresenta uma permeabilidade reduzida, em relação ao suporte inicial, e homogênea quando se desloca paralelamente à superfície do suporte orientada para o fluido a tratar, segundo a direção de circulação do fluido a tratar. Sua permeabilidade é, de preferência, reduzida de um fator compreendido entre 1,5 e 10 em relação ao suporte inicial.

[0023] De acordo com um outro aspecto da invenção, o suporte apresenta, sobre uma profundidade constante dada medida a partir da superfície do suporte orientada para o fluido a tratar, uma porosidade transversal média crescente quando se desloca. No interior do suporte, transversalmente à superfície do suporte orientada para o fluido a tratar, da superfície orientada para o fluido a tratar, para a superfície de saída do permeado, a porosidade longitudinal média do suporte sendo, quanto a ela, homogênea quando se desloca no interior do suporte, paralelamente à superfície do suporte orientada para o fluido a tratar, segundo a direção de circulação do fluido a tratar.

[0024] A invenção tem igualmente por objeto uma membrana para a filtração tangencial de um fluido a tratar, associando um suporte poroso tal como definido acima com pelo menos uma camada de separação para o fluido a tratar, recobrando a superfície do suporte orientada para o fluido a tratar, a dita camada de separação

apresentando uma porosidade inferior ou igual àquela do suporte.

[0025] De acordo com um outro de seus aspectos, a invenção refere-se a um processo de fabricação de um suporte poroso, para a filtração tangencial de um fluido a tratar, apresentando pelo menos uma superfície orientada para o fluido a tratar circulando segundo uma direção de circulação e uma superfície de saída para uma fração denominada permeado que atravessa o suporte poroso, que compreende uma etapa que consiste em modificar um suporte poroso inicial por penetração, sobre uma profundidade sensivelmente constante, a partir da superfície do suporte orientada para o fluido a tratar, de partículas inorgânicas de diâmetro médio inferior ao diâmetro médio d_p dos poros do suporte inicial, transversalmente à superfície do suporte orientada para o fluido a tratar, da superfície orientada para o fluido a tratar, para a superfície de saída do permeado, a porosidade longitudinal média do suporte sendo, quanto a ela, homogênea quando se desloca no interior do suporte, paralelamente à superfície do suporte orientada para o fluido a tratar, segundo a direção de circulação do fluido a tratar.

[0026] Diversas outras características aparecerão da descrição dada abaixo com referência às figuras anexas.

[0027] A Fig. 1 representa a evolução em função do tempo da permeabilidade de uma membrana da técnica anterior.

[0028] A Fig. 2 representa um corte longitudinal e de um suporte de acordo com a invenção.

[0029] A Fig. 3 representa um corte transversal de uma membrana de acordo com a invenção comportando um suporte de acordo com a Fig. 2.

[0030] A Fig. 4 compara a evolução em função do tempo da permeabilidade de uma membrana de acordo com a invenção com aquela de uma membrana da técnica anterior.

[0031] O suporte poroso de acordo com a invenção é constituído de um material inorgânico cuja resistência à transferência é adaptada à separação a efetuar. O suporte poroso 1 é realizado a partir de materiais inorgânicos, tais como óxidos metálicos, carbono ou metais. No exemplo de realização ilustrado na Fig. 2, o

suporte poroso 1 é de forma tubular alongada e se estende segundo um eixo central longitudinal A. Uma forma plana que se estende segundo um plano central poderia igualmente ser adotada. O suporte poroso 1 possui uma seção reta transversal poligonal ou, como no exemplo ilustrado na fig. 2, uma seção transversal circular.

[0032] O suporte poroso 1 apresenta pelo menos uma superfície 3 orientada para o fluido a tratar, que corresponde à superfície sobre a qual circula o fluido a tratar quando o suporte é utilizado sozinho. Para a realização de uma membrana 4, o suporte 1 é geralmente associado a uma camada de separação 5, caso em que o fluido a tratar não circula diretamente sobre a superfície 3 do suporte orientada para o fluido a tratar, mas sobre a camada de separação 5. A superfície 3 do suporte orientada para o fluido a tratar é então recoberta por esta camada de separação 5, destinada a estar em contato com o meio fluido a tratar circulando segundo uma direção e um sentido de circulação entre uma extremidade a montante e uma extremidade a jusante do suporte, para uma tal membrana que funciona modo tangencial. A natureza da ou das camadas separadoras 5 é escolhida em função do poder de separação ou de filtração a obter e forma, com o suporte poroso 1, uma ligação íntima. Esta ou estas camadas podem ser depositadas a partir, por exemplo, de suspensões contendo pelo menos um óxido metálico e classicamente utilizado na produção dos elementos de filtração minerais. Esta ou estas camadas são submetidas após secagem a uma operação de sinterização que permite consolidá-las e ligá-las entre si bem como ao suporte poroso 1. Uma parte do meio fluido atravessa a camada separadora 5 e o suporte poroso 1, e o suporte 1 apresenta uma superfície 1₁ de saída para esta parte tratada do fluido, denominada permeado.

[0033] O suporte poroso 1 pode ser arranjado para comportar pelo menos um e, no exemplo ilustrado na fig. 2, um canal 2 realizado paralelamente ao eixo A do suporte. No exemplo ilustrado, o canal apresenta uma seção reta transversal ao eixo A do suporte, de forma cilíndrica. O canal 2 apresenta uma superfície interna 3 que corresponde à superfície 3 do suporte orientada para o fluido a tratar. Para a realização de uma membrana 4, o suporte 1 é associado a uma camada de separação 5. A fig. 3 ilustra um exemplo de realização de membrana de tipo tubular.

De acordo com este exemplo, o canal 2 é recoberto por uma camada de separação 5, destinada a estar em contato com o meio fluido a tratar, circulando no interior do canal 2, segundo um sentido de circulação, entre suas duas extremidades abertas. Uma dessas extremidades é denominada extremidade a montante 6 e a outra extremidade a jusante 7. O fluido a tratar penetra no canal pela extremidade a montante 6 e tenta sair canal pela extremidade a jusante 7. A superfície 1₁ de saída do permeado corresponde, no caso de membranas comportando um ou vários canais, à superfície periférica 1₁ do suporte, que é cilíndrico de seção circular no exemplo ilustrado fig. 2 e 3.

[0034] Previamente à descrição mais precisa da invenção, ocorre fornecer um certo número de definições.

[0035] A porosidade do suporte designa o volume dos poros do suporte em relação ao volume total aparente do suporte. A porosidade é medida, por exemplo, por porosimetria de mercúrio. Trata-se de um aparelho que envia o mercúrio sob pressão em uma amostra porosa. Este aparelho fornece a distribuição dos diâmetros de poros mas igualmente a porosidade do corpo poroso.

[0036] A porosidade média é medida sobre uma fatia volumétrica de espessura constante dada que se estende conforme uma direção central segundo a qual deseja-se medir sua eventual variação. Dizer que esta porosidade média é homogênea ou sensivelmente constante significa que quando esta fatia de espessura constante é dividida em uma série de volumes elementares iguais correspondendo a segmentos que se estendem transversalmente em relação ao eixo central da fatia correspondente à direção de medida, a porosidade média desses volumes elementares não varia quando se desloca ao longo do eixo desta fatia. Dizer que esta porosidade média aumenta significa que a porosidade média dos volumes elementares aumenta.

[0037] Denominar-se-á:

[0038] - porosidade longitudinal média do suporte, a porosidade medida quando se desloca no centro do suporte, paralelamente à superfície orientada para o fluido a tratar (que corresponde à superfície interna do ou dos canais no caso de um suporte

mono ou multi canais), segundo a direção de circulação do fluido a tratar.

[0039] - porosidade transversal, a porosidade medida quando se desloca no centro do suporte transversalmente, ou seja, perpendicularmente, à superfície orientada para o fluido a tratar.

[0040] A densidade de fluxo por unidade de pressão e a permeabilidade de um suporte poroso traduzem a facilidade que um meio fluido tem de atravessar o dito suporte. A densidade de fluxo, no sentido da invenção, designa a quantidade em m^3 de permeado que atravessa a unidade de superfície (em m^2) de suporte por unidade de tempo (em s). A densidade de fluxo por unidade de pressão é então medida em $m^3/m^2/s/Pa \times 10^{-12}$.

[0041] A permeabilidade, no sentido da invenção, corresponde à densidade de fluxo por unidade de pressão normalizada à espessura e é expressa em $m^3/m^2/s/m/Pa \times 10^{-12}$. A permeabilidade é o inverso de uma resistência. A resistência de uma membrana é igual à soma das resistências do suporte e da camada de separação. Naturalmente, em uma membrana, a resistência do suporte é mais baixa que aquela da camada de separação pois seu diâmetro médio de poros é mais elevado. A resistência à transferência de um fluido através de um corpo poroso depende do diâmetro de poros, da porosidade, e da espessura deste corpo poroso. Dizer que um suporte ou uma membrana apresenta uma permeabilidade homogênea quando se desloca paralelamente à superfície orientada para o fluido a tratar (que corresponde à superfície interna do ou dos canais em um caso de um suporte mono ou multi canais), segundo a direção de circulação do fluido a tratar, significa que, se esta membrana ou este suporte é cortado em fatias que se estendem perpendicularmente ao eixo longitudinal do suporte, no caso de um suporte tubular, ou perpendicularmente ao plano central do suporte, no caso de um suporte plano, de espessura igual (tomada paralelamente ao eixo longitudinal ou ao plano central), a permeabilidade medida para cada uma dessas fatias é sensivelmente constante.

[0042] De acordo com a invenção, o suporte 1 apresenta uma porosidade modificada em uma profundidade adjacente à superfície 3 do suporte em relação ao

resto do suporte. Próximo da superfície 3 orientada para o fluido a tratar, o suporte 1 apresenta, uma porosidade menor, porque a porosidade do suporte aumenta quando se desloca transversalmente à superfície 3 orientada para o fluido a tratar, desta superfície 3 para a superfície 1₁ de saída do permeado. Nos exemplos ilustrados nas fig. 2 e 3 mostra-se um suporte tubular mono canal e a membrana associada, a porosidade do suporte aumenta quando se desloca transversalmente à superfície 3 do canal 2, do canal 2 para a superfície externa 1₁. Esta variação de porosidade transversal é devida, por exemplo, a uma obstrução parcial, ao longo do suporte 1, a partir da superfície 3 orientada para o fluido a tratar. Todavia, a porosidade longitudinal permanece, quanto a ela sensivelmente constante, quando se desloca, paralelamente à superfície orientada para o fluido a tratar, segundo a direção de circulação do fluido a tratar, ou seja, ao longo do canal, de uma ou outra de suas extremidades, no exemplo ilustrado fig. 2. Esta obstrução é dita «parcial», pois o suporte não está totalmente obstruído pois ele deixa passar um fluido. O suporte 1 apresenta, em uma profundidade e constante dada medida a partir da superfície 3 do suporte orientada para o fluido a tratar, uma porosidade transversal média crescente quando se desloca no interior do suporte, transversalmente à superfície 3 do suporte orientada para o fluido a tratar, afastando-se desta superfície 3 orientada para o fluido a tratar. Vantajosamente, a obstrução parcial c varia, quando se desloca perpendicularmente à superfície 3 orientada para o fluido a tratar e cria um gradiente de porosidade média, sobre uma profundidade p constante, que aumenta quando se afasta desta superfície 3. A parte do suporte 1 a mais obstruída que apresenta a menor porosidade média está situada na proximidade da superfície 3 orientada para o fluido a tratar e então do canal 2 no exemplo ilustrado, enquanto que a parte menos obstruída que apresenta a maior porosidade média está situada voltada para a superfície 1₁ de saída do permeado (superfície periférica externa 1₁ do suporte 1 no exemplo ilustrado na fig 2).

[0043] De acordo com uma variante preferida da invenção o diâmetro médio dos poros do suporte aumenta ao centro do suporte 1, quando se desloca, transversalmente à superfície 3 do suporte orientada para o fluido a tratar, da

superfície 3 orientada para o fluido a tratar, para superfície 1₁ de saída do permeado.

[0044] O gradiente de porosidade média é obtido por penetração, em um suporte inicial, a partir da superfície 3 do suporte orientada para o fluido a tratar, de partículas de diâmetro médio inferior ao diâmetro médio dos poros do suporte inicial, o que permite se obter uma obstrução c parcial do suporte 1. De acordo com o exemplo ilustrado na Fig. 2, esta obstrução parcial é realizada sobre uma certa profundidade p constante (inferior ou igual à profundidade e), medida a partir da superfície 3 do suporte orientada para o fluido a tratar. Esta profundidade p é determinada a partir da superfície 3 do suporte orientada para o fluido a tratar. A obstrução c correspondente à penetração das partículas se efetua sobre uma profundidade p que depende do tamanho, ou seja, do diâmetro das partículas, e das condições experimentais de penetração. Em geral, a profundidade p da penetração é elevada e é escolhida em função da diminuição de permeabilidade desejada. O suporte 1 é, por exemplo, obstruído sobre uma profundidade p superior ao raio médio das partículas aglomeradas que constituem o suporte inicial, e de preferência superior a seu diâmetro médio, a profundidade máxima é esta atingida pelas partículas mais finas, durante a operação de obstrução. De maneira vantajosa, a obstrução parcial é realizada sobre uma profundidade p superior ou igual a 2,5 µm, de preferência superior ou igual a 5 µm. O suporte de acordo com a invenção apresenta uma permeabilidade artificialmente reduzida em relação ao suporte inicial, mas homogênea quando se desloca paralelamente à superfície orientada para o fluido a tratar, segundo a direção de circulação do fluido a tratar.

[0045] De acordo com uma primeira variante da invenção, a porosidade transversal média pode aumentar sensivelmente de maneira contínua, quando se afasta da superfície 3 do suporte orientada para o fluido a tratar. De acordo com uma outra variante, a porosidade transversal média pode aumentar, por patamares P_i. Os ditos patamares são, de preferência, todos de comprimento tomado transversalmente à superfície 3 orientada para o fluido a tratar, sensivelmente idêntico.

[0046] Nota-se que os exemplos descritos fig. 2 e 3 referem-se a um suporte monocanal comportando um canal de forma cilíndrica de seção reta transversal

sensivelmente ovóide. Naturalmente, o objeto da invenção pode ser empregado sobre suporte que comportam um ou vários canais de formas variadas e diversas. No mesmo sentido, é claro que o objeto da invenção pode ser aplicado a um suporte que comporta pelo menos um canal 2 de seção transversal poligonal, disposto em um bloco poroso. No caso de um suporte 1 do tipo plano, é possível fazer circular o fluido a tratar diretamente sobre uma das faces 3 do suporte, o permeado saindo sobre a outra face 1_1 , sem que nenhum canal seja disposto na massa do suporte. Neste tipo de suporte poroso 1 de tipo plano, uma série de canais 2 que apresentam, cada um, uma seção reta transversal retangular pode igualmente ser superposta. No caso de suportes que comportam vários canais, o suporte apresenta uma porosidade tal como acima definida, sobre uma certa profundidade que se estende a partir de cada superfície interna 3 que delimita um canal 2. O suporte apresenta então uma porosidade modificada, nos volumes adjacentes à superfície interna 3, situados tanto entre um canal 2 e a superfície externa 1_1 do suporte, quanto entre dois canais 2.

[0047] O suporte poroso de acordo com a invenção apresenta então uma porosidade definida por uma porosidade transversal e média crescente quando se desloca, na massa do suporte, segundo o mesmo sentido que o permeado, e uma porosidade longitudinal média constante, o que permite obter uma permeabilidade para este suporte menor que a permeabilidade dos suportes clássicos da técnica anterior.

[0048] O objeto da invenção visa igualmente propor um processo para realizar um suporte de filtração 1 tal como descrito acima. Um tal processo compreende uma etapa que consiste em modificar o suporte inicial por penetração, a partir da superfície 3 do suporte orientada para o fluido a tratar, de partículas inorgânicas, de diâmetro médio inferior ao diâmetro médio d_p dos poros do suporte inicial antes da modificação. Esta penetração é realizada de maneira a obter uma porosidade transversal e média crescente quando se desloca no interior do suporte, transversalmente à superfície 3 do suporte orientada para o fluido a tratar, desta superfície 3 para a superfície 1_1 do suporte 1 de saída para o permeado, a

porosidade longitudinal média do suporte 1 sendo, quanto a ela, homogênea quando se desloca para o interior do suporte 1 paralelamente à superfície do suporte orientada para o fluido a tratar, segundo a direção de circulação do fluido a tratar.

[0049] Por diâmetro médio inferior ao diâmetro médio d_p dos poros do suporte inicial, entende-se de preferência, que o diâmetro médio das partículas inorgânicas é compreendido entre $d_p/100$ e $d_p/2$.

[0050] A penetração das partículas no interior do suporte inicial é realizada com ajuda de uma suspensão desfloculada de tais partículas. A desfloculação da suspensão é necessária a fim de evitar a formação de aglomerados de partículas e então conservar partículas sob uma forma individualizada capaz de penetrar no interior dos poros do suporte. A suspensão apresenta, de maneira vantajosa, uma baixa viscosidade.

[0051] Tais partículas são constituídas de um material inorgânico tal como óxidos metálicos, o material inorgânico constitutivo das partículas inorgânicas podendo ser idêntico àquele que constitui o suporte e/ou a eventual camada de separação 5.

[0052] A etapa de penetração é seguida de uma etapa de sinterização que permite reagrupar as partículas presentes nos poros do suporte sólido 1 acarretando um engrossamento e uma amálgama das ditas partículas e fixando a obstrução do suporte poroso 1. A descrição que se segue visa um processo para realizar um suporte tal como ilustrado na fig. 2 apresentando pelo menos um canal interno 2. Neste caso, a penetração de partículas de mesma granulometria ou de uma mistura de partículas de granulometria diferentes é realizada no interior dos poros do suporte sobre uma profundidade p , medida a partir da superfície interna 3 do suporte 1 orientada para o fluido a tratar, constante quando se desloca paralelamente à superfície 3 do suporte 1 orientada para o fluido a tratar. Uma tal penetração constante sobre o comprimento do suporte, mas variável sobre na profundidade (ou seja, quanto mais se desloca a uma grande profundidade, face à superfície interna 3 do canal 2, menor é a penetração de partículas), pode ser realizada pelo método da recobrimento. Este método consiste em dispor o suporte poroso 1 verticalmente e preencher o canal 2 com uma suspensão desfloculada de partículas inorgânicas de

diâmetro médio inferior ao diâmetro médio d_p dos poros do suporte (antes da obstrução) por intermédio de uma bomba do tipo peristáltico e com velocidade de rotação variável. O tempo de preenchimento do canal é denominado T_r . O tempo durante o qual o suporte é mantido cheio com a suspensão por ação na velocidade de rotação da bomba é denominado T_a . O suporte é em seguida esvaziado por inversão do sentido de rotação da bomba, o tempo de esvaziamento sendo denominado T_v . Os três tempos T_r , T_a , T_v definirão o tempo de contato T_c entre cada ponto da superfície interna 3 do suporte 1 e a suspensão.

[0053] Em um ponto x da superfície interna 3 do suporte 1 situado a uma altura h , o tempo de contato T_c com a suspensão é igual a:

$$T_e = (T_r + T_a + T_v) - S_s / Q_{pr} * h - S_s / Q_{pv} * h \quad (I)$$

Onde:

T_r = tempo de preenchimento

T_a = tempo de espera do tubo cheio

T_v = tempo de esvaziamento

T_e = tempo de contato

Q_{pr} = vazão da bomba durante o preenchimento

Q_{pv} = vazão da bomba durante o esvaziamento

S_s = seção dos canais

h = altura de preenchimento

[0054] A profundidade p de penetração das partículas no interior do suporte depende do tempo de contato T_e entre o suporte poroso 1 e a suspensão. assim, ajustando-se os parâmetros T_r , T_a , T_v , é possível obter uma profundidade p de penetração sensivelmente constante da extremidade alta até a extremidade baixa do suporte. Utilizando-se diferentes valores do tempo de contato T_e , atuando sobre T_a e T_v de acordo com a relação (I), é possível escolher a massa das partículas inorgânicas que penetram no interior do suporte 1. A variação de profundidade de penetração das partículas se faz naturalmente, à medida da acumulação dentro do suporte 1 e por diminuição da aspiração capilar deste último.

[0055] Uma outra técnica que permite se obter uma obstrução c homogênea ao

longo do canal é efetuar uma penetração vertical em duas etapas, ou seja virando o suporte e então invertendo suas extremidades alta e baixa, por meio da penetração.

[0056] De fato, a invenção permite fabricar sob medida, suportes e, conseqüentemente, membranas de porosidade e então de permeabilidade escolhida em função das necessidades. Em particular, a invenção permite, diminuindo-se a permeabilidade do suporte diminuir a permeabilidade da membrana obtida a partir de um tal suporte. O processo apresenta igualmente o interesse de «monitorar» a permeabilidade final do suporte, ou mesmo da membrana. Com efeito, é possível modular o nível de permeabilidade pela regulação de diferentes parâmetros, por exemplo:

- escolha do tamanho das partículas, que atuam notadamente sobre a profundidade de penetração e a densidade da obstrução,
- concentração da suspensão desfloculada,
- duração de impregnação,
- número de operações de impregnação, com efeito, é possível efetuar várias penetrações sucessivas utilizando-se partículas de mesmo diâmetro ou de diâmetro diferente, e em particular no caso de um gradiente em patamar P_1 .

[0057] Naturalmente -se, a fabricação de um suporte poroso que comporta uma tal porosidade definida, como precedentemente, por uma porosidade transversal média crescente e uma porosidade longitudinal e média constante, pode ser realizada por outros processos além desses descritos acima. Notadamente, no caso de um suporte plano sem canal, a penetração se fará, a partir da superfície 3 destinada a ser orientada para o fluido a tratar, esta superfície 3 estando disposta horizontalmente.

[0058] De acordo com um outro aspecto da invenção, pode ser previsto realizar sucessivamente, até mesmo simultaneamente de acordo com um processo contínuo, a obstrução do suporte e o depósito da camada de separação na superfície 3 do suporte 1 orientada para o fluido a tratar. Para a obstrução do suporte, é então possível utilizar partículas inorgânicas idênticas em dimensão e em composição àquelas utilizadas para o depósito da camada de separação 5, durante a fabricação

de uma membrana.

[0059] O suporte de acordo com a invenção pode ser utilizado sozinho, para a filtração notadamente de meios corrosivos, sendo dado que sua baixa porosidade, diretamente próxima da superfície 3 do suporte 1 orientada para o fluido a tratar, autoriza uma filtração já satisfatória. A superfície 3 do suporte 1 orientada para o fluido a tratar delimita então a superfície de circulação do fluido .

[0060] De acordo com uma de suas aplicações principais, o suporte é utilizado na concepção de membranas e é associado a uma camada de separação 5 que apresenta uma porosidade inferior, ou eventualmente igual à menor porosidade do suporte, ou seja àquela próxima da superfície 3 do suporte 1 orientada para o fluido a tratar.

[0061] De acordo com uma variante preferida, a camada de separação 5 poderá apresentar uma espessura que diminui segundo o sentido de circulação f do fluido a tratar, como descrito em EP 1 074 291.

[0062] A descrição que segue visa fornecer um exemplo de realização de membrana de acordo com a invenção.

[0063] Um suporte multicanal de diâmetro externo 25 mm e de comprimento 1200 mm é utilizado. Este suporte poroso possui um diâmetro médio equivalente de poros de 5 μm .

[0064] Uma suspensão de partículas de óxido de zircônio cuja granulometria é de 0,6 μm é preparada. Esta suspensão aquosa é desfloculada por ajuste do pH, com a ajuda de ácido acético, seguido de uma etapa de trituração/desaglomeração em uma jarra contendo esferas de zircônio sinterizado. A suspensão não contém nenhum ligante orgânico e a concentração de partículas é inferior a 100 g/l. Os valores desses dois parâmetros são destinados a obter uma viscosidade muito baixa.

[0065] O suporte é modificado por recobrimento com ajuda desta suspensão. Dois depósitos são realizados seguidos de uma secagem. Realiza-se em seguida uma ou mais camadas de filtração. A membrana final obtida apresenta um limite de corte de 0,14 μm .

[0066] A permeabilidade à água é medida a 500 l/h/m²/bar. A título de comparação, a permeabilidade de uma membrana fabricada da mesma maneira, mas sem a etapa de modificação do suporte, é medida a 1500 l/h/m²/bar.

[0067] A Fig. 4 abaixo representa a permeabilidade dessas duas membranas durante a filtração de leite e ilustra perfeitamente o interesse da invenção. Aparece claramente que a utilização de um suporte de acordo com a invenção permite limitar a perda de permeabilidade da membrana, com o tempo de funcionamento.

REIVINDICAÇÕES

1. Suporte poroso (1), para a filtração tangencial de um fluido a tratar, que apresenta pelo menos uma superfície (3) orientada para o fluido a tratar circulando segundo uma direção de circulação e uma superfície de saída (1₁) para uma fração denominada permeado que atravessa o suporte poroso, este suporte sendo obtido por obstrução parcial de um suporte inicial, caracterizado pelo fato de que apresenta uma permeabilidade reduzida, em relação ao suporte inicial, e homogêneo quando se desloca paralelamente à superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar, segundo a direção de circulação do fluido a tratar.

2. Suporte poroso (1) de acordo com a reivindicação 1 caracterizado pelo fato de que sua permeabilidade é reduzida por um fator compreendido entre 1,5 e 10 em relação ao suporte inicial.

3. Suporte poroso (1), para a filtração tangencial de um fluido a tratar, que apresenta pelo menos uma superfície (3) orientada para o fluido a tratar circulando segundo uma direção de circulação e uma superfície de saída (1₁) para uma fração denominada permeado que atravessa o suporte poroso, caracterizado pelo fato de que

o suporte (1) apresenta, sobre uma profundidade (e) constante dada medida a partir da superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar, uma porosidade transversal média crescente quando se desloca no interior do suporte, transversalmente à superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar, da superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar, para a superfície de saída (1₁) para o permeado, a porosidade longitudinal média do suporte (1) sendo, quanto a ela, homogênea quando se desloca no interior do suporte (1), paralelamente à superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar, segundo a direção de circulação do fluido a tratar.

4. Suporte (1) de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que o diâmetro médio dos poros aumenta sobre a profundidade (e) do suporte (1), quando se desloca no interior do suporte (1), transversalmente à superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar, da superfície (3) do suporte orientada para o

fluido a tratar, para a superfície de saída (1_1) para o permeado.

5. Suporte de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que o suporte (1) é obtido por obstrução (c) parcial de um suporte inicial (1) realizado a partir da superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar, em uma profundidade (p) constante dada medida a partir da superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar.

6. Suporte de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que obstrução (c) parcial é realizada de maneira a apresentar, sobre esta profundidade (p) constante, uma porosidade transversal média crescente quando se desloca no interior do suporte, transversalmente à superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar, da superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar, para a superfície de saída (1_1) para o permeado.

7. Suporte de acordo com a reivindicação 5 ou 6, caracterizado pelo fato de que a profundidade (p) de obstrução é superior ao raio médio das partículas aglomeradas que constituem o suporte inicial, e de preferência superior a seu diâmetro médio.

8. Suporte de acordo com qualquer uma das reivindicações 5 a 7, caracterizado pelo fato de que a profundidade (p) de obstrução é superior ou igual a $2,5 \mu\text{m}$, de preferência superior ou igual a $5 \mu\text{m}$.

9. Suporte de acordo com qualquer uma das reivindicações 5 a 8, caracterizado pelo fato de ser constituído de um material inorgânico escolhido dentre os óxidos metálicos.

10. Suporte de acordo com qualquer uma das reivindicações 5 a 9, caracterizado pelo fato de que corresponde a um suporte inicial parcialmente obstruído com partículas constituídas de um material escolhido dentre os óxidos metálicos.

11. Suporte de acordo com qualquer uma das reivindicações 5 a 10, caracterizado pelo fato de que a obstrução (c) parcial do suporte é obtida por penetração, a partir da superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar, de partículas inorgânicas de diâmetro médio inferior ao diâmetro médio (d_p) dos poros

do suporte antes da obstrução, e de preferência compreendido entre $dp/100$ e $dp/2$.

12. Suporte de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato de que a penetração de partículas inorgânicas é seguida de uma sinterização.

13. Suporte de acordo com qualquer uma das reivindicações 5 a 12, caracterizado pelo fato de que a porosidade transversal média aumenta de maneira regular e contínua na profundidade (p) quando se desloca no interior do suporte (1), transversalmente à superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar, da superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar, para a superfície de saída (1_1) para o permeado.

14. Suporte de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 13, caracterizado pelo fato de que a porosidade transversal média aumenta por patamares (P_i), quando se desloca no interior do suporte (1), transversalmente à superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar, da superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar, para a superfície de saída (1_1) para o permeado.

15. Suporte poroso (1) de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 14, caracterizado pelo fato de que compreende pelo menos um canal interno (2) aberto para suas duas extremidades e delimitado pela superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar.

16. Membrana (4) para a filtração tangencial de um fluido a tratar, caracterizada pelo fato de que associa um suporte poroso (1) do tipo definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 15 com pelo menos uma camada de separação (5) para o fluido a tratar, recobrando a superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar, a dita camada de separação (5) que apresenta uma porosidade inferior àquela do suporte (1).

17. Membrana de acordo com a reivindicação 16, caracterizada pelo fato de que a camada de separação (5) apresenta uma espessura que diminui, segundo o sentido de circulação (f) do fluido a tratar.

18. Membrana de acordo com a reivindicação 16 ou 17, caracterizada pelo fato de que a camada de separação (5) contém pelo menos um óxido metálico.

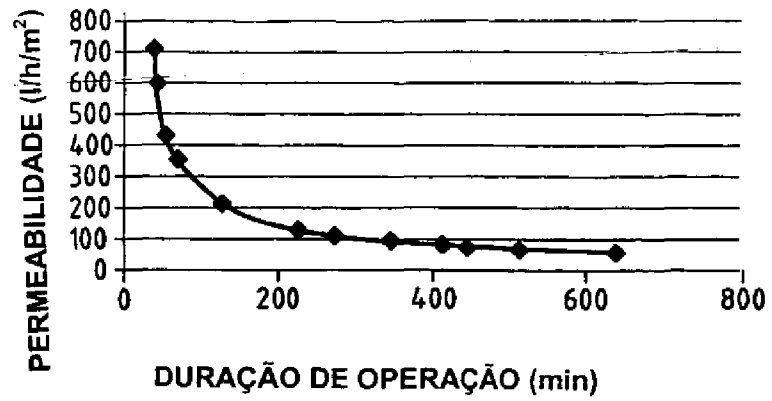


FIG.1

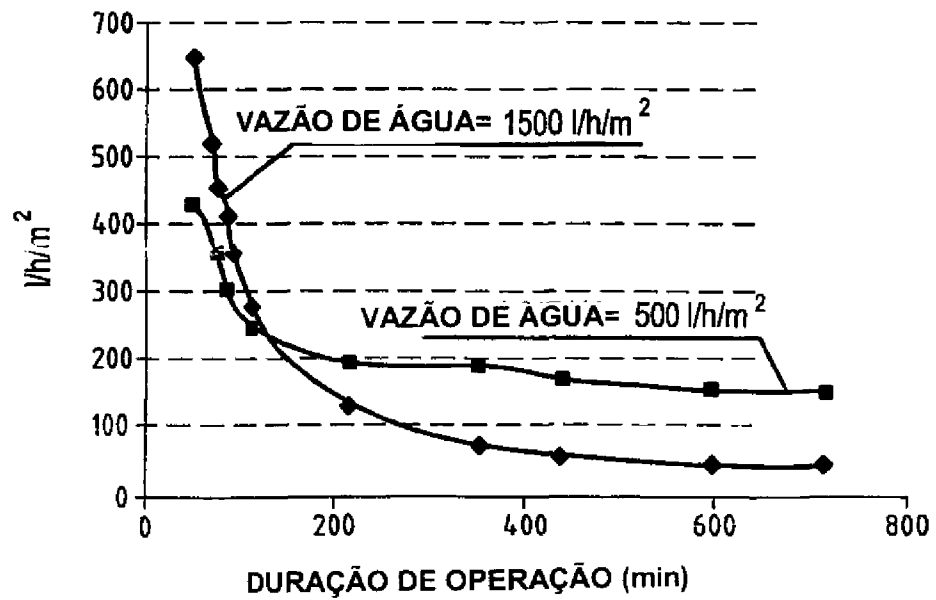


FIG.4

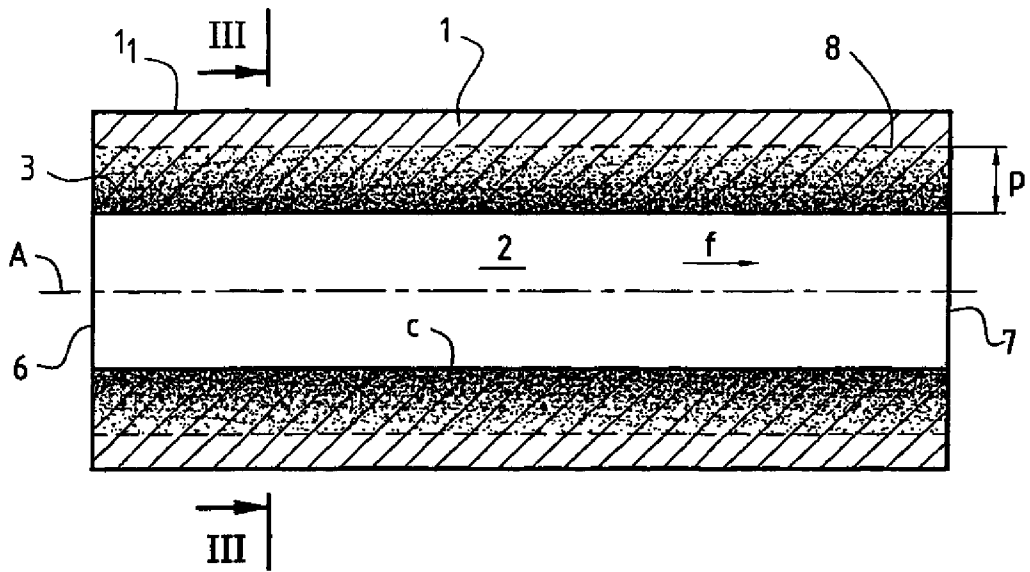


FIG. 2

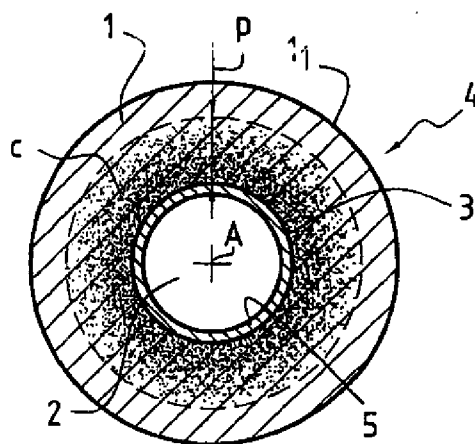


FIG. 3

RESUMO

“SUPORTE POROSO E MEMBRANA PARA A FILTRAÇÃO TANGENCIAL DE UM FLUIDO A TRATAR”

Suporte poroso (1), para a filtração tangencial de um fluido a tratar, que apresenta pelo menos uma superfície (3) orientada para o fluido a tratar circulando segundo uma direção de circulação e uma superfície de saída (1₁) para uma fração denominada permeado que atravessa o suporte poroso, este suporte sendo obtido por modificação de um suporte inicial, caracterizado pelo fato de que ele apresenta uma permeabilidade reduzida, em relação ao suporte inicial, e homogênea quando se desloca paralelamente à superfície (3) do suporte orientada para o fluido a tratar, segundo a direção de circulação do fluido a tratar.