



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

(21) **PI0614457-8 A2**

(22) Data de Depósito: 26/07/2006  
(43) Data da Publicação: 29/03/2011  
(RPI 2099)



(51) *Int.Cl.:*  
B01D 67/00  
B01D 69/00

(54) Título: **PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE UMA MEMBRANA POROSA DE RASTREAMENTO**

(30) Prioridade Unionista: 26/07/2005 US 11/189.363

(73) Titular(es): DRESSEL PTE LTD

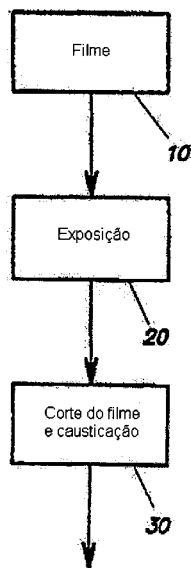
(72) Inventor(es): Alexei Valerievich Egorov, Andrey Viktorovich Desyatov

(74) Procurador(es): ORLANDO DE SOUZA

(86) Pedido Internacional: PCT SG2006000213 de 26/07/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2007/013861 de 01/02/2007

(57) **Resumo:** PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE UMA MEMBRANA POROSA DE RASTREAMENTO Membranas porosas de rastreamento são produzidas pela exposição de um filme polimérico a um bombardeamento de íons pesados para proporcionar ao filme uma densidade de rastreamento e causticação de poros no filme rastreado resultante com uma solução de causticação para proporcionar ao filme uma densidade de poros correspondente à densidade de rastreamento sob condições para manter fluxo turbulento. Uma solução de causticação alcalina é usada, que contém sais de metais alcalinos em concentração suficiente para aumentar o ponto de ebulição da solução contendo metal alcalino resultante até temperaturas acima de cerca de 100 até cerca de 150°C.



PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE UMA MEMBRANA POROSA DE  
RASTREAMENTO

CAMPO DA INVENÇÃO

O presente pedido se refere ao Pedido Anterior da  
5 Federação Russa No. 2003115929, depositado em 29 de maio de  
2003, agora Patente da Federação Russa No. 2233196, IPC 7 B  
01 D 67/00, Boletim No. 21 de 27 de julho de 2004.

A presente invenção se refere a um processo para fazer  
membranas porosas de rastreamento úteis para a separação de  
10 materiais de fluidos.

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

Um processo para fazer membranas porosas de  
rastreamento em que um filme polimérico é irradiado por  
partículas carregadas pesadamente e causticadas  
15 quimicamente com uma solução de cromo hexavalente em uma  
alta temperatura; veja a Patente da Federação Russa No.  
2056151, IPC B 01 D 67/00, Boletim No. 8 de 20 de março de  
1996. Esse processo da técnica anterior tem muitas  
desvantagens. Os compostos de cromo são firmemente  
20 adsorvidos na superfície do filme polimérico que resulta em  
tornar consideravelmente difícil remover esses compostos  
durante a etapa de lavagem. A presença subsequente desses  
compostos resulta em sujeira do fluido filtrado, quando as  
membranas são usadas na separação de materiais dos fluidos.

25 Outro processo do estado da técnica para fazer  
membranas porosas compreende a causticação de um filme  
fluoropolimérico rastreado com uma solução de causticação  
contendo permanganato de potássio e hidróxido de sódio em  
temperaturas de 80 - 110 graus C, em um vaso fechado;

Shirokova V. V. e Tretyakova S. P., "Physical AND Chemical Basis For Manufacturing Of Fluoropolymer Track Membranes", *Medições de Radiação*, Vol. 28, Nos. 1 - 6, 1977, páginas 791 - 798. As desvantagens desse processo da técnica anterior; (1) o aumento considerável no tempo de causticação por meio de operação abaixo de 100 graus C e a eficiência pobre e o aquecimento não uniforme por não circulação da solução de causticação resultantes e (2) a variabilidade resultante das taxas de causticação em pontos diferentes na superfície do filme.

Há uma necessidade de um processo mais eficiente para produzir membranas porosas de rastreamento.

#### **SUMÁRIO DA INVENÇÃO**

A presente invenção proporciona membranas porosas de rastreamento pela exposição de um filme polimérico a um bombardeamento de íons pesados para resultar em um filme tendo uma densidade de rastreamento e poros de causticação no filme rastreado resultante com uma solução de causticação para produzir um filme com uma densidade dos poros correspondendo à densidade de rastreamento sob condições, para manter o fluxo turbulento.

#### **BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS**

Outras características e vantagens se tornarão evidentes da descrição seguinte e mais particular das modalidades preferidas da invenção, conforme ilustrado nos desenhos anexos, em que:

A figura 1 é um fluxograma simplificado de uma modalidade do processo da presente invenção para produzir membranas porosas de rastreamento;

A figura 2A é uma vista esquerda em perspectiva de um

cassete típico e banho usados para a etapa de causticação de tiras curtas de filme polimérico do processo mostrado na figura 1;

5 A figura 2B é uma vista seccional transversal lateral do cassete mostrado na figura 2A; e

A figura 3 é um diagrama em blocos simplificado de outra modalidade do processo da presente invenção para produzir membranas porosas de rastreamento.

10 **DESCRIÇÃO DETALHADA DE MODALIDADE PREFERIDA DA PRESENTE INVENÇÃO**

As seguintes definições são aqui usadas:

Um "fluido" é um gás ou líquido que pode abranger de ar, água, sangue, hidrocarbonetos e outros fluidos que, em seu estado não processado, contêm materiais que são separados por sistemas usando membranas porosas de rastreamento da presente invenção.

Uma "membrana porosa" é uma folha ou camada fina flexível de um material polimérico contendo poros para separar ou filtrar materiais de fluidos.

20 Uma "membrana porosa de rastreamento" é um filme rastreado quimicamente causticado para produzir poros de um diâmetro especificado ao longo dos rastros.

Um "filme rastreado" é um filme polimérico exposto a um bombardeamento de íons pesados para produzir rastros servindo como locais de causticação para produzir poros.

Um "material" é algo que tem um tamanho finito abrangendo de cerca de 0,01 a cerca de 1,5  $\mu\text{m}$ , que pode ser separado de um fluido usando uma membrana porosa tendo um diâmetro de poro apropriado, abrangendo de cerca de 0,01 a cerca de 1,5  $\mu\text{m}$ .

A figura 1 mostra um diagrama em blocos de uma modalidade do processo da presente invenção em que uma membrana porosa de rastreamento é produzida que é útil na separação ou filtração de materiais de um fluido.

5 O bloco 10 representa a etapa de aquisição de um filme polimérico adquirido, usualmente, em rolos contínuos de larguras variáveis, tipicamente, cerca de 600 milímetros (mm) e espessuras e, tipicamente, cerca de 10 .mu.m. O processo da presente invenção não está limitado a um tipo  
10 específico de filme polimérico, desde que o filme seja capaz de ser tornado poroso. Exemplos típicos de materiais poliméricos que foram verificados serem causticados até uma porosidade desejada incluem poliamidas, fluoropolímeros, poliestireno, poliacrilonitrila, acetato de celulose,  
15 polissulfona e poliolefinas, tais como polipropileno, polietileno e seus copolímeros.

Nas modalidades preferidas da presente invenção, o filme polimérico é um filme fluoropolimérico e ainda mais preferivelmente um filme de fluoreto de polivinilideno  
20 (PVDF). Embora o filme de fluoreto de polivinilideno (PVDF) seja preferido, outros filmes de fluoropolímeros podem ser usados, incluindo, mas não limitado àqueles de policlorotrifluoroetileno (PCTFE), copolímeros de clorotrifluoroetileno com etileno (ECTFE),  
25 politetrafluoroetileno (PTFE), copolímeros de tetrafluoroetileno e perfluoroalcoxietileno (PFA), copolímeros de tetrafluoroetileno e hexafluoropropileno (FEP), terpolímeros de tetrafluoroetileno e hexafluoropropileno e perfluoroalcoxietileno (EPE),  
30 copolímeros de tetrafluoroetileno com etileno (ETFE),

fluoreto de polivinila (PVF) e quaisquer combinações dessas resinas fluoropoliméricas.

O bloco 20 representa a etapa de exposição em que o filme polimérico é bombardeado por íons pesados para proporcionar um filme com uma densidade de rastreamento pré-determinada. A densidade de rastreamento é o número de rastros por unidade de área na superfície do filme polimérico como deixado por íons pesados, isto é, partículas carregadas de alta energia, deslocando-se em um curso de trajetória de um ciclotron ou outro acelerador de partícula. Cada um dos rastros deixados por essas partículas carregadas é capaz de ser atuado por um líquido de gravar adequado.

Exemplos típicos de íons pesados para essa finalidade incluem, mas não estão limitados aos mesmos, íons dos seguintes elementos: argônio, criptônio, xenônio, bismuto e uma combinação desses íons pesados. De preferência, a densidade de rastreamento está em uma faixa de cerca de 107 cm<sup>-2</sup> a cerca de 109 cm<sup>-2</sup>. Veja a patente norte-americana no. 5.449.917 e a Patente da Federação Russa No. 2233196, publicada em 27 de julho de 2004, a discussão relevante da etapa de exposição é aqui incorporada através de referência. Além disso, veja E. U. Apel, "Measurements of the Diameter of Selectively Etchable Tracks Produced in Polymer by Heavy Ions". O último artigo apareceu em Nuclear Tracks, Vol. 6, Nos. 2 - 3, páginas 115 - 118, 1982.

A etapa de causticação do bloco 30 é a etapa seguinte do processo da presente invenção. Nesta etapa, o filme rastreado é colocado ou passado através de uma solução de causticação para causticar o filme com poros que

correspondem à densidade de rastreamento. A etapa de causticação resulta em um filme polimérico tendo um poro para substancialmente cada rastro esquerdo por uma partícula carregada na superfície do filme. Na membrana porosa resultante, há, substancialmente, uma correspondência de um para um entre a densidade de poro de poros através da membrana e a densidade de rastreamento de rastros de partículas de alta energia. Um filme tendo uma largura de cerca de 600 mm, a espessura de cerca de 10 .mu.m e um comprimento de cerca de 1 a cerca de 20 m com uma densidade de rastreamento de cerca de 107 rastros por cm<sup>2</sup>, por exemplo, 107 cm<sup>2</sup>, resulta em uma densidade de poro de 107 cm<sup>2</sup> com poros tendo um diâmetro de cerca de 1 .mu.m. Similarmente, o mesmo diâmetro de filme com uma densidade de rastreamento de cerca de 109 cm<sup>2</sup> resulta em uma densidade de poro de 109 cm<sup>2</sup> com poros tendo um diâmetro de cerca de 0,01 .mu.m. Através de variação, a densidade de rastreamento entre essas faixas inferior e superior, a densidade de poro pode ser controlada. Por meio da variação do tempo de causticação, o densidade de poro pode ser controlado dentro de uma faixa de cerca de 0,01 e cerca 1,5 .mu.m. De preferência, uma solução alcalina é usada para causticar, se o filme polimérico for feito de uma resina fluoropolimérica.

Tem sido demonstrado através de experimentação que a solução alcalina é uma solução alcalina de permanganato de potássio para causticar filmes de PVDF. A causticação de filme de PVDF, de preferência, é realizada em temperaturas em uma faixa de cerca de 100 a cerca de 150 graus C. Um método para manutenção da solução alcalina maior do que

cerca de 150 graus C. é adicionar sais de um metal alcalino, de preferência, cloreto de sódio, em concentrações suficientes para obter a subida desejada na temperatura de causticação.

5 Outra variável na etapa de causticação é passar a solução alcalina em contato com o PVDF sob condições para manter fluxo turbulento. Isso é realizado pela circulação da solução alcalina através do filme de PVDF em um Número de Reynolds na faixa de cerca de 100 a cerca de 500. Nessas  
10 taxas de fluxo, o gradiente de temperatura da solução em contato com o filme é substancialmente reduzido para zero e a tempo de causticação é substancialmente uniforme em todos os rastros da superfície do filme. Em consequência, essas taxas de fluxo resultam em um estreitamento da faixa de  
15 distribuição de diâmetro de poro na membrana porosa de rastreamento acabada.

Embora a etapa de causticação seja realizada para um período em uma faixa de cerca de 1 a cerca de 24 horas, um período mais curto de cerca de 3 a 9 horas é recomendado  
20 para uma solução alcalina de permanganato de potássio. O tempo de causticação exato depende do diâmetro requerido de poros e da espessura do filme.

Foi verificado com períodos de causticação mais longos que dióxido de manganês é formado como um resultado da  
25 reação de causticação e é depositado na superfície do filme. A deposição de dióxido de manganês atrapalha o acesso da solução de causticação para a zona de reação e resulta em velocidade de reação reduzida. Através da circulação da solução de causticação no banho de  
30 causticação sob condições turbulentas, como indicado acima,

os produtos da reação de sedimentação são, pelo menos parcialmente, lavados da superfície do filme e velocidade da reação permanece aproximadamente constante durante toda a etapa de causticação.

5 Pelo controle das condições de temperatura do processo, taxa de fluxo e tempo, conforme descrito acima, foi verificado que a etapa de causticação ocorre sem qualquer superaquecimento substancial. A causticação sem superaquecimento substancial é definida como nenhum  
10 superaquecimento ou se ocorrer superaquecimento da solução alcalina, ele não é mais do que 1. grau C. Essas condições podem ser expressas na seguinte equação:

$$N.t \text{ req. } Q \cdot C \cdot s \cdot \text{DELTA.} T$$

Onde: N é a energia do pré-aquecedor, W;

15 Q é a taxa de fluxo da solução de decapagem, m.<sup>3</sup>/s;

C.<sub>s</sub> é calor específico da solução, J/(m.<sup>3</sup>·K);

DELTA.t é superaquecimento da solução, K.

20 Se DELTA.T for mantido em não mais do que 1.grau.C ou .grau.

$$K, N.t \text{ req. } Q \cdot C \cdot s$$

Os intervalos de tempo e a temperatura são determinados pelos seguintes fatores. De preferência, a  
25 causticação não é realizada em uma temperatura abaixo de 100 graus C, porque o tempo de causticação aumenta consideravelmente e resulta em baixa eficiência do processo. Por outro lado, é difícil proporcionar uma temperatura acima de 120 graus C, usando o método proposto  
30 de adição de sal de álcali. Se o tempo de causticação não é

mais do que cerca de 1, nenhum poro é formado na membrana. Se o tempo de causticação for maior do que a faixa especificada de 24 horas, não há aumento de qualquer efeito favorável. Além disso, membranas de alta porosidade 5 perderão suas propriedades mecânicas ao serem submetidas aos tempos de causticação fora da faixa desejada.

O resultado da manutenção dessas condições ótimas do processo é uma alta qualidade de membranas semi-permeáveis, isto é, membranas porosas. Uma das características das 10 membranas porosas de rastreamento produzidas pelo processo da presente invenção é que as membranas porosas resultantes mantêm o mesmo diâmetro de poro máximo por toda a sua vida útil em um sistema de separação, isto é, usualmente uma média de cerca de 6 meses antes as membranas devem ser 15 substituídas.

Na modalidade do presente processo mostrado na figura 1, o filme polimérico rastreado é cortado em um número de seções separadas de um comprimento finito antes da etapa de causticação do bloco 30. Pelo corte do filme rastreado em 20 comprimentos gerenciáveis, a etapa de causticação pode ser realizada em uma operação do tipo batelada, usando uma unidade de causticação 200, mostrada na figura 2A. Pedacos do filme rastreado que estão na faixa de cerca de 1 a cerca de 20 m são preferidas para cassete 210.

25 Durante a etapa de carregamento de filme da operação de causticação, o cassete 210 é removido do banho 220. Uma extremidade direita de um primeiro comprimento 262 de um filme polimérico rastreado é fixada no suporte horizontal superior fixo 255 por um primeiro clipe 254. A extremidade 30 esquerda livre do primeiro comprimento 262 é alimentada sob

um suporte horizontal inferior 265 e, então, através de um suporte horizontal superior 255 até que a extremidade esquerda livre esteja no suporte giratório 225. A extremidade esquerda é, então, presa ao suporte giratório 225 por um segundo clipe 256 para fixar a primeira seção 262 do filme firmemente no lugar, nos suportes. Similarmente, uma extremidade esquerda de um segundo comprimento 267 do filme é fixada em um suporte horizontal superior fixo 255 por um terceiro clipe 257. A extremidade direita livre do segundo comprimento 267 é alimentada sob um suporte horizontal inferior 265 e, então, através de um suporte horizontal superior 255 até a extremidade livre esteja no suporte giratório 235. A extremidade direita é, então, anexada ao suporte giratório 235 por um quarto clipe 258 para fixar a segunda seção 267 do filme firmemente no lugar. De preferência, todos os cliques são feitos de titânio.

Neste ponto na etapa de causticação, suportes giratórios 225 e 235 são girados no sentido contrário ao dos ponteiros do relógio e no sentido dos ponteiros do relógio, respectivamente, para colocar primeiro e segundo pedaços 262 e 267 sob um grau suficiente de estiramento preliminar ou controlado. O estiramento compensa a tendência dos pedaços de filme para se expandir quando são colocados no banho de causticação em temperaturas de solução de causticação de não menos do que 100 graus C. Embora apenas dois pedaços de filme sejam mostrados fixados em posição nos suportes, até quatro pedaços podem ser facilmente acomodados por um cassete.

Durante a operação de causticação, solução de

causticação é derramada no banho 220 e o cassete 210 é abaixado no banho 220. O cassete 210 é levantado e abaixado para aumentar a reação de causticação.

#### EXEMPLOS

5 Os exemplos a seguir demonstram o método de uso da unidade de causticação 200. Em cada um dos exemplos abaixo, uma solução, contendo 20% de massa de  $\text{KMnO}_4$ , 13% de massa de NaOH e um sal de um metal alcalino na concentração de 200 g/l, para obter uma concentração de saturação completa  
10 na temperatura de ebulição, foi derramada no banho de causticação 220. Uma bomba e um aquecedor elétrico foram ligados e a solução de causticação foi circulada, à medida que era trazida para a temperatura de trabalho. Quando a solução alcançou a temperatura necessária, o cassete 210,  
15 contendo o filme fluoropolimérico que tinha sido exposto a um bombardeamento de partículas pesadas carregada, foi imerso no banho 220 e foi submetido à causticação química por um período na faixa de 3 a 9 horas. O aquecimento de todas as superfícies do filme rastreado foi uniforme como  
20 um resultado da circulação contínua da solução de causticação dentro do banho de causticação. Conforme indicado acima, a temperatura e o tempo exatos de causticação variam para diferentes tipos de filmes.

#### Exemplo 1

25 Um filme de fluoreto de polivinilideno, tendo uma espessura de 13  $\mu\text{m}$  primeiro exposta a um bombardeamento de íons de Kr acelerados para ter uma densidade de rastreamento de 1 quadratura.  $108 \text{ cm}^2$  foram causticados em uma solução de causticação contendo 20% de massa de  $\text{KMnO}_4$ ,  
30 13% de massa de NaOH e 20% de massa de NaCl a 110 graus C

durante 5 horas. A solução de causticação circulou no interior do banho de causticação em uma taxa de fluxo de 1 m<sup>3</sup>/h para proporcionar  $NR_e = 200$ , para este exemplo. A membrana porosa de rastreamento que foi produzida neste exemplo tinha um diâmetro de poro efetivo de 0,3  $\mu\text{m}$ .

#### Exemplo 2

Para comparação, um exemplo similar foi realizado em que o mesmo filme de PVDF rastreado foi causticado em um banho contendo 20% de massa de  $\text{KMnO}_4$  e 13% de massa de  $\text{NaOH}$  a 100 graus C durante 6 horas, para produzir uma membrana porosa de rastreamento com um diâmetro de poro efetivo de 0,17  $\mu\text{m}$ . Esse diâmetro era menor por um fator de 1,8, quando comparada com a membrana porosa de rastreamento produzida em temperaturas acima de 100 graus C.

#### Exemplo 3

Outro filme de PVDF, tendo uma espessura de 25  $\mu\text{m}$  e primeiro exposto a um bombardeamento de íons de Kr acelerados para ter uma densidade de rastreamento de 5 quadraturas. 107  $\text{cm}^2$  foram causticados em uma solução de causticação contendo 20% de massa de  $\text{KMnO}_4$ , 13% de massa de  $\text{NaOH}$  e 20% de massa de  $\text{NaCl}$  em 105 graus C durante 8 horas. A solução de causticação circulou no interior do banho de causticação, na mesma taxa de fluxo, a fim de proporcionar o mesmo  $NR_e$  que no Exemplo 1. A membrana porosa de rastreamento que foi produzida neste exemplo tinha um diâmetro de poro efeito de 0,4  $\mu\text{m}$ .

#### Exemplo 4

Para comparação, um exemplo similar foi realizado em que o mesmo filme rastreado de PVDF foi causticado em um banho contendo 20% de massa de  $\text{KMnO}_4$  e 13% de massa de  $\text{NaOH}$

a 100 graus C durante 8 horas para produzir uma membrana porosa de rastreamento com um diâmetro de poro efetivo de 0,1  $\mu$ m. Esse diâmetro era menor por um fator de 4, quando comparado com a membrana porosa de rastreamento produzida em temperaturas acima de 100 graus C.

Conseqüentemente, foi descoberto que através do estrito controle da temperatura do processo acima de 100 graus C durante 8 horas, o tempo para produzir um diâmetro de poro máximo dado é um quarto do requerido quando a temperatura é mantida em 100 graus C.

A figura 3 mostra outra modalidade de produção de uma membrana porosa de rastreamento em que um rolo contínuo de filme polimérico rastreado, representado pelo bloco 310 é passado para o bloco 320 para exposição a um bombardeamento de íons pesados para o bloco 330 para ser submetido a uma solução de causticação adequada, conforme descrito acima. Contudo, no caso de um rolo contínuo, uma unidade de causticação contínua (não mostrada) é considerada, que inclui a introdução de uma solução cáustica fresca na extremidade de entrada de filme rastreado da unidade de causticação e remoção de uma solução de causticação servida na extremidade de saída de extremidade de saída de filme rastreado.

As aplicações para a membrana porosa de rastreamento produzida pelas várias modalidades da presente invenção incluem: (a), tratamento, reclamação, reciclagem e reutilização de despejo industrial e água residual; (b) dessalinização da água do mar; (c) separação de líquido para uma ampla variedade de produtos químicos líquidos industriais; e (d) tecnologia de separação baseada em

membrana para a remoção de enxofre e mercaptanos de óleo cru, gás natural, condensado e produtos de petróleo refinados.

Se afastamento do espírito e do escopo da presente  
5 invenção, alguém de habilidade comum na técnica pode fazer  
várias mudanças e modificações em cada uma das várias  
modalidades da presente invenção para se adaptar à várias  
outras aplicações. Como tal, essas mudanças e modificações  
estão adequada e eqüitativamente e destinadas a estarem  
10 dentro do amplo alcance de equivalentes das reivindicações  
a seguir.

**REIVINDICAÇÕES**

1. Processo para a produção de uma membrana porosa de rastreamento útil na separação de materiais de um fluido, caracterizado por compreender as etapas de: a) exposição de  
5 um filme polimérico a um bombardeamento de íons pesados para proporcionar ao filme uma densidade de rastreamento; e b) causticação de poros no filme rastreado resultante com uma solução de causticação a fim de proporcionar ao filme uma densidade dos poros correspondente à densidade de  
10 rastreamento sob condições, para manter fluxo turbulento.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato dos referidos íons pesados serem selecionados do grupo de íons que consiste de criptônio, argônio, xenônio, bismuto e suas combinações.

15 3. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato da referida densidade de rastreamento estar em uma faixa de cerca de  $10^7$  cm<sup>-2</sup> a cerca de  $10^9$  cm<sup>-2</sup>.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 1,  
20 caracterizado pelo fato do diâmetro dos referidos poros estar em uma faixa de cerca de 0,01 a cerca de 1 mu.m.

5. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato da referida solução de causticação ser uma solução alcalina.

25 6. Processo, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato do referido filme polimérico ser um filme fluoropolimérico.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato do filme fluoropolimérico ser  
30 fluoreto de polivinilideno.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato da referida solução alcalina ser uma solução alcalina de permanganato de potássio.

5 9. Processo, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato da referida solução alcalina também conter sais de metais alcalinos em concentração suficiente para aumentar o ponto de ebulição da solução resultante, contendo metal alcalino até temperaturas em uma faixa de cerca de 100 a cerca de 150 graus C.

10 10. Processo, de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato da referida causticação ser realizada em temperaturas maiores do que 100 graus C.

15 11. Processo, de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato da referida solução de causticação ser passada em contato com o referido filme rastreado em uma taxa de fluxo para produzir um Número de Reynolds de cerca de 100 a cerca de 500.

20 12. Processo, de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato da referida causticação ser realizada por um período em uma faixa de cerca de 1 a cerca de 24 horas.

25 13. Processo, de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de pelo menos a temperatura, a taxa de fluxo e o tempo serem controlados de modo que a etapa de causticação ocorre com superaquecimento da solução de causticação de não mais do que 10 graus C.

14. Processo, de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato do referido sal de metal alcalino ser cloreto de sódio.

30 15. Processo para a produção de uma membrana porosa de

rastreamento útil na separação de materiais de um fluido caracterizado por compreender as etapas de: a) exposição de um filme polimérico a um bombardeamento de íons pesados para proporcionar ao filme uma densidade de rastreamento; 5 b) corte do filme rastreado resultante em uma pluralidade de seções de separadores; e c) causticação das seções de filme rastreado com uma solução de causticação para proporcionar às seções de filme uma densidade de poros correspondente à densidade de rastreamento sob condições 10 para manter fluxo turbulento.

16. Processo, de acordo com a reivindicação 15, caracterizado pelo fato dos referidos íons pesados serem selecionados do grupo de íons que consiste de criptônio, argônio, xenônio, bismuto e suas combinações.

15 17. Processo, de acordo com a reivindicação 16, caracterizado pelo fato da referida densidade de rastreamento estar em uma faixa de cerca de estar em uma faixa de cerca de  $10^7 \text{ cm}^{-2}$  a cerca de  $10^9 \text{ cm}^{-2}$ .

20 18. Processo, de acordo com a reivindicação 17, caracterizado pelo fato do diâmetro dos referidos poros estar em uma faixa de cerca de 0,01 a cerca de 1  $\mu\text{m}$ .

19. Processo, de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo fato da referida solução de causticação estar em uma solução alcalina.

25 20. Processo, de acordo com a reivindicação 19, caracterizado pelo fato do filme fluoropolimérico ser fluoreto de polivinilideno.

30 21. Processo, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado pelo fato da referida solução alcalina ser uma solução alcalina de permanganato de potássio.

22. Processo, de acordo com a reivindicação 21, caracterizado pelo fato da referida solução alcalina também conter sais de metais alcalinos em concentração suficiente para aumentar o ponto de ebulição da solução resultante, contendo metal alcalino até temperaturas em uma faixa de cerca de 100 a cerca de 150 graus C.

23. Processo, de acordo com a reivindicação 22, caracterizado pelo fato da referida causticação ser realizada em temperaturas maiores do que 100 graus C.

24. Processo, de acordo com a reivindicação 23, caracterizado pelo fato da referida solução de causticação ser passada em contato com o referido filme rastreado em uma taxa de fluxo para produzir um Número de Reynolds de cerca de 100 a cerca de 500.

25. Processo, de acordo com a reivindicação 24, caracterizado pelo fato da referida causticação ser realizada por um período em uma faixa de cerca de 1 a cerca de 24 horas.

26. Processo, de acordo com a reivindicação 25, caracterizado pelo fato das referidas condições de temperatura, taxa de fluxo e tempo serem controladas de modo que a etapa de causticação ocorre com superaquecimento da solução de causticação de não mais do que 1 grau C.

27. Processo, de acordo com a reivindicação 26, caracterizado pelo fato do referido sal de metal alcalino ser cloreto de sódio.

28. Processo, de acordo com a reivindicação 15, caracterizado pelo fato da seção de filme rastreado cortado ser colocada dentro de um cassete para realizar a etapa (c) através da fixação de uma extremidade do filme em um de uma

pluralidade de suportes fixos, estendendo-se a extremidade livre do filme em torno do restante dos suportes fixos, fixando a extremidade livre a um suporte giratório e girando o suporte giratório para proporcionar um estiramento preliminar do filme antes da causticação.

29. Processo, de acordo com a reivindicação 28, caracterizado pelo fato do cassete ser colocado na solução de causticação.

30. Processo para a produção de uma membrana porosa de rastreamento útil na separação de materiais de um fluido, caracterizado por compreender as etapas de: a) exposição de um rolo contínuo de filme polimérico a um bombardeamento de íons pesados para proporcionar ao filme uma densidade de rastreamento; e b) causticação do rolo contínuo de filme rastreado à medida que o rolo passa através de uma solução de causticação para proporcionar às seções de filme uma densidade de poros correspondente à densidade de rastreamento sob condições a fim de manter fluxo turbulento.

31. Processo, de acordo com a reivindicação 30, caracterizado pelo fato dos referidos íons pesados serem selecionados do grupo de íons que consiste de criptônio, argônio, xenônio, bismuto e suas combinações.

32. Processo, de acordo com a reivindicação 31, caracterizado pelo fato da referida densidade de rastreamento de estar em uma faixa de cerca de  $10^7$   $\text{cm}^{-2}$  a cerca de  $10^9$   $\text{cm}^{-2}$ .

33. Processo, de acordo com a reivindicação 32, caracterizado pelo fato do diâmetro dos referidos poros estar em uma faixa de cerca de 0,01 a cerca de 1  $\mu\text{m}$ .

34. Processo, de acordo com a reivindicação 33, caracterizado pelo fato da referida solução de causticação estar em uma solução alcalina.

5 35. Processo, de acordo com a reivindicação 34, caracterizado pelo fato do referido filme fluoropolimérico ser fluoreto de polivinilideno.

36. Processo, de acordo com a reivindicação 35, caracterizado pelo fato da referida solução alcalina ser uma solução alcalina de permanganato de potássio.

10 37. Processo, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato da referida solução alcalina também conter sais de metais alcalinos em concentração suficiente para aumentar o ponto de ebulição da solução resultante, contendo metal alcalino até temperaturas em uma faixa de  
15 cerca de 100 a cerca de 150 graus C.

38. Processo, de acordo com a reivindicação 37, caracterizado pelo fato da referida causticação ser realizada em temperaturas maiores do que 100 graus C.

20 39. Processo, de acordo com a reivindicação 23, caracterizado pelo fato da referida solução de causticação ser passada em contato com o referido filme rastreado em uma taxa de fluxo para produzir um Número de Reynolds de cerca de 100 a cerca de 500.

25 40. Processo, de acordo com a reivindicação 24, caracterizado pelo fato da referida causticação ser realizada por um período em uma faixa de cerca de 1 a cerca de 24 horas.

30 41. Processo, de acordo com a reivindicação 25, caracterizado pelo fato das referidas condições de temperatura, taxa de fluxo e tempo serem controlados de

modo que a etapa de causticação ocorra com superaquecimento da solução de causticação de não mais do que 1 grau C.

42. Processo, de acordo com a reivindicação 26, caracterizado pelo fato do referido sal de metal alcalino ser cloreto de sódio.

5

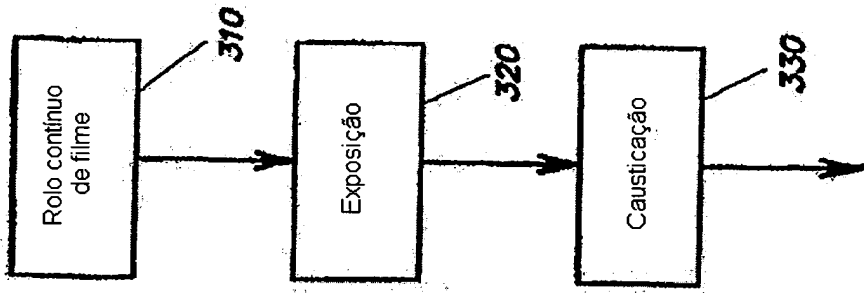


FIG. 3

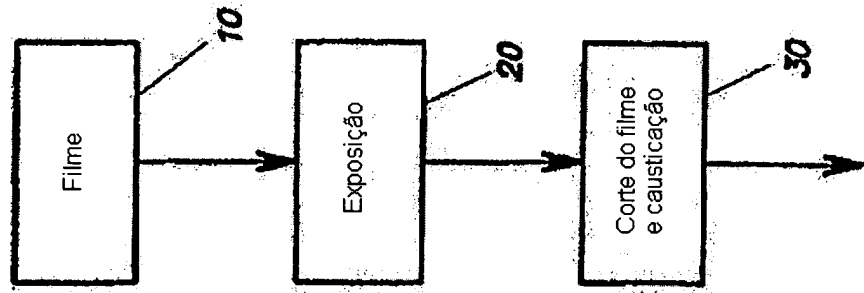


FIG. 1

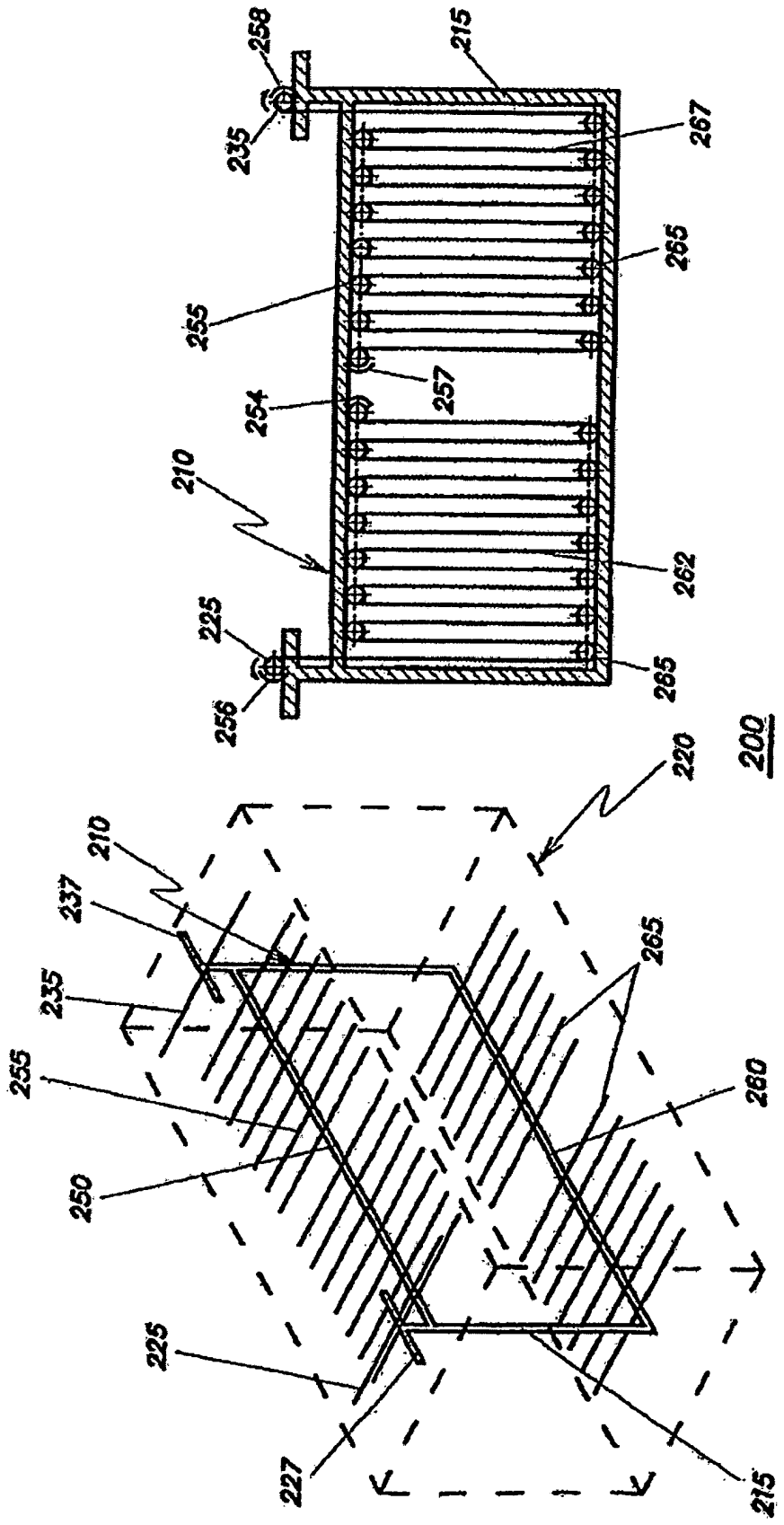


Fig. 2B

Fig. 2A

PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE UMA MEMBRANA POROSA DE  
RASTREAMENTO

Membranas porosas de rastreamento são produzidas pela exposição de um filme polimérico a um bombardeamento de íons pesados para proporcionar ao filme uma densidade de rastreamento e causticação de poros no filme rastreado resultante com uma solução de causticação para proporcionar ao filme uma densidade de poros correspondente à densidade de rastreamento sob condições para manter fluxo turbulento.

10 Uma solução de causticação alcalina é usada, que contém sais de metais alcalinos em concentração suficiente para aumentar o ponto de ebulição da solução contendo metal alcalino resultante até temperaturas acima de cerca de 100 até cerca de 150° C.