(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 380 797**

(51) Int. Cl.:
B01D 69/10 (2006.01)
B01D 63/06 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Número de solicitud europea: **03778408 .9**
(96) Fecha de presentación: **20.10.2003**
(97) Número de publicación de la solicitud: **1562694**
(97) Fecha de publicación de la solicitud: **17.08.2005**

(54) Título: **Membrana para la filtración tangencial y procedimiento de fabricación correspondiente**

(30) Prioridad:
25.10.2002 FR 0213359

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
18.05.2012

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
18.05.2012

(73) Titular/es:
TECHNOLOGIES AVANCEES & MEMBRANES INDUSTRIELLES S.A.
Z.A. LES LAURONS
26110 NYONS, FR

(72) Inventor/es:
LESCOCHE, Philippe

(74) Agente/Representante:
García-Cabrerizo y del Santo, Pedro

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

ES 2 380 797 T3

DESCRIPCIÓN

Membrana para filtración tangencial y procedimiento de fabricación correspondiente.

La presente invención se refiere al campo técnico de la separación tangencial que aplica unos elementos de separación denominados de manera general membranas, realizadas a partir de materiales inorgánicos y formados por un soporte poroso que delimita al menos un canal de circulación para un medio fluido, sobre la superficie del cual se deposita al menos una capa separadora cuya clase y morfología están adaptadas para garantizar la separación de las moléculas o de las partículas que contiene el medio fluido que hay que tratar.

El objeto de la invención pretende, de manera más precisa, la realización de un soporte poroso.

El objeto de la invención encuentra una aplicación especialmente ventajosa en el campo de la nanofiltración, la ultrafiltración, la microfiltración, la filtración o la ósmosis inversa.

De una manera clásica, una membrana se define por la asociación de un soporte poroso de un material inorgánico, como la cerámica, y de una o varias capas separadoras de un material inorgánico depositadas sobre la superficie de cada canal de circulación y unidas entre sí y al soporte mediante sinterización. Estas membranas pueden adoptar diferentes geometrías. La función de las capas es la de garantizar la separación de las especies moleculares o particulares, mientras que la función del soporte es la de permitir, gracias a su resistencia mecánica, la realización de capas de poco espesor.

En el estado de la técnica, son habituales numerosas membranas realizadas a partir de elementos de filtración de tipo tubular o plano. En el campo de las membranas tubulares, el soporte poroso rígido tiene una forma alargada presentando una porción transversal recta poligonal o circular. El soporte poroso está preparado para constar de al menos uno y, de preferencia, de una serie de canales paralelos entre sí y al eje longitudinal del soporte poroso, presentando cada uno una forma cilíndrica. Los canales comunican, por un lado, con una cámara de entrada para el medio fluido que hay que tratar y, por otro lado, con una cámara de salida. La superficie de los canales está recubierta por al menos una capa separadora que garantiza la separación de las moléculas o de las partículas que contiene el medio fluido que circula por el interior de los canales, de acuerdo con un sentido dado, desde un extremo de los canales, denominado de entrada, hasta el otro extremo, denominado de salida. Una membrana de este tipo realiza, por efecto tamiz, una separación de las especies moleculares o particulares del producto que hay que tratar, en la medida en que todas las partículas o moléculas superiores al diámetro de los poros de la membrana quedan retenidas. Durante la separación, la transferencia del fluido se realiza a través de la capa separadora, luego el fluido se extiende por la permeabilidad del soporte para dirigirse hacia la superficie exterior del soporte poroso. La parte del fluido que hay que tratar que ha atravesado la capa de separación y el soporte poroso se denomina filtrado y se encuentra recuperada en una cámara de recogida que rodea a la membrana.

En el campo técnico de las membranas de tipo plano, el soporte poroso se presenta en forma de un bloque en el que está preparado al menos uno y, en general, una serie de canales superpuestos que presentan, cada uno, una porción recta transversal poligonal generalmente rectangular. La superficie de los canales está recubierta por al menos una capa separadora.

De acuerdo con el principio de la filtración tangencial, el fluido que hay que tratar circula a gran velocidad por la superficie de los canales con el fin de generar una tensión de cizallamiento que vuelva a dispersar los materiales depositados sobre esta superficie. De este modo se produce una fricción del fluido sobre la superficie de los canales que conduce a la existencia de una pérdida de carga que varía linealmente en función de la longitud de los canales. Esta pérdida de carga depende de parámetros dimensionales como la longitud de la membrana, de su diámetro hidráulico y de parámetros experimentales, como la velocidad de circulación, la viscosidad y la densidad absoluta del fluido que hay que tratar.

Como la fuerza motriz de la filtración es una presión, aparece una variación decreciente de la presión del fluido que hay que tratar a lo largo de los canales. Este gradiente de presión modifica el flujo transversal del filtrado que atraviesa la capa separadora, y luego el cuerpo poroso. El caudal del filtrado es, por lo tanto, variable, a lo largo de la membrana. Este gradiente del caudal del filtrado conduce a una heterogeneidad de la separación realizada por la membrana que hace que aparezcan unos regímenes de separación diferentes a lo largo de los canales.

Para intentar resolver estos inconvenientes, la patente US 4 105 547 describe un aparato de filtración tangencial que pone en marcha un sistema de compensación de la pérdida de carga longitudinal. Este sistema consiste en garantizar la circulación del filtrado tangencialmente al exterior de la membrana, en el mismo sentido que circula tangencialmente por los canales el fluido que hay que tratar. La pérdida de carga del flujo del filtrado es idéntica a la del fluido que hay que tratar. Se produce, por lo tanto, una compensación entre las dos pérdidas de carga, de tal modo que la presión es la misma en cualquier punto a lo largo de los canales.

La patente **EP 0 333 753** es un perfeccionamiento de este sistema. Consiste en disponer en el compartimento del filtrado unas bolas con el objetivo de obtener unas pérdidas de carga idénticas a la del líquido que hay que tratar con un caudal de circulación muy bajo.

No obstante, este tipo de aparatos presentan el inconveniente de necesitar la puesta en marcha de un bucle de recirculación del filtrado, lo que complica de forma considerable la fabricación e incrementa el coste energético ligado al funcionamiento de este bucle adicional.

Para resolver estos inconvenientes, la patente **EP 0 870 534 B1** propone un soporte macroporoso cuya porosidad externa se modifica, de tal manera que hace que aparezca un gradiente de porosidad a lo largo de todo este soporte. Este gradiente de porosidad hace que aparezca un gradiente de permeabilidad. Debido a la variación de la presión, el caudal de filtrado que atraviesa la membrana se vuelve constante. Aunque una solución de este tipo permite modificar únicamente el soporte, esta técnica presenta el inconveniente de reducir la porosidad externa del soporte facilitando de este modo la acumulación de las moléculas o de las partículas que han atravesado la capa separadora y que, estadísticamente, pueden quedar retenidas por la parte del soporte con porosidad reducida. En la práctica, el diámetro de los poros de acuerdo con una sección recta transversal de un soporte de este tipo aumenta y luego disminuye en su periferia, de tal modo que aparece el riesgo de acumulación para las moléculas o partículas. Esta acumulación puede conducir a la destrucción del soporte. Por otra parte, la reducción de la porosidad se realiza únicamente sobre la corona externa del soporte poroso. De este modo, la porosidad del soporte, en su parte interna adyacente a la capa de separación, no se reduce. También, durante la operación de separación, la presión en el interior de los canales disminuye de acuerdo con el sentido del flujo del fluido que hay que tratar. El filtrado, tras haber atravesado la capa separadora, se extiende por la porosidad interna y fluye hacia el exterior buscando una zona que necesite menos energía. El filtrado fluye entonces principalmente por la parte del soporte más porosa. En estas condiciones, el gradiente de porosidad realizado de este modo conduce a la aparición de caudales de filtrado heterogéneos según la longitud de la membrana.

La solicitud de patente **EP 1 074 291** propone una solución que permite obtener un caudal de filtrado homogéneo a lo largo de toda la membrana. Esta solución consiste en depositar sobre el soporte macroporoso una capa de separación que presenta un gradiente de grosor que disminuye de acuerdo con el sentido de circulación del fluido que hay que tratar. En este caso, el soporte permite garantizar la resistencia mecánica sin que tenga que intervenir la resistencia hidráulica de la membrana, mientras que la capa de separación define la permeabilidad sin que tenga que intervenir la resistencia mecánica.

El objeto de la invención pretende, por lo tanto, proponer otra solución que permita resolver los inconvenientes que se han enunciado con anterioridad, proponiendo una membrana de filtración tangencial, adaptada para obtener un flujo de filtrado más homogéneo a lo largo de la membrana y que no presente ninguna zona frágil en la que se acumulen las especies del fluido que hay que tratar, retenidas por la membrana. La solución que propone la invención consiste en modificar el soporte poroso en su parte adyacente a la capa de separación para que intervenga en la permeabilidad de la membrana.

Para alcanzar este objetivo, la membrana para la filtración tangencial de un fluido que hay que tratar de acuerdo con la invención consta de un soporte poroso que delimita al menos un canal de circulación para el fluido que hay que tratar que circula en un sentido dado entre una entrada y una salida, la superficie interna del soporte poroso que delimita el canal estando recubierta por al menos una capa de separación para el fluido que hay que tratar, una fracción denominada filtrado atravesando la capa de separación y el soporte poroso. El soporte presenta una colmatación parcial variable que se extiende a partir de la superficie interna del soporte sobre la que se deposita la capa de separación. Esta colmatación crea, sobre una porción del soporte con un grosor constante dado extendiéndose a partir de la superficie interna del soporte, un gradiente de porosidad media, de acuerdo con el sentido de circulación del fluido que hay que tratar, la porosidad media mínima estando situada en la entrada y la porosidad media máxima en la salida.

El objeto de la invención también pretende proponer un procedimiento de fabricación de una membrana para la filtración tangencial de un fluido. De acuerdo con la invención, este procedimiento comprende una etapa que consiste en modificar el soporte poroso mediante la penetración, a partir de la superficie interna del soporte poroso que delimita el canal de circulación, de partículas inorgánicas con un diámetro medio inferior al diámetro medio **dp** de los poros del soporte, de tal modo que se obtenga sobre una porción con un grosor constante dado que se extiende a partir de la superficie interna del soporte, un gradiente de porosidad media, de acuerdo con el sentido de circulación del fluido que hay que tratar, la porosidad media mínima estando situada en la entrada y la porosidad media máxima en la salida.

Se extraen otras características diversas de la descripción que se hace a continuación en referencia a los dibujos que se anexan, que muestran, a título de ejemplos no restrictivos, unos modos de realización y de aplicación del objeto de la invención.

La **figura 1** es una vista en sección transversal de un ejemplo de realización de una membrana de acuerdo con la invención.

La **figura 2** es una vista en sección longitudinal de una membrana vista prácticamente según las líneas II-II de la **figura 1**.

La **figura 3** es una vista similar a la **figura 2** que ilustra otra variante de una membrana de acuerdo con la invención.

Las **figuras 4** a **16** son unas tablas que muestra las mediciones experimentales, respectivamente, para una membrana de la técnica anterior y para unas membranas de acuerdo con la invención.

De manera previa a la descripción de la invención, es preciso dar un cierto número de definiciones.

La porosidad designa el volumen de los poros del soporte con respecto al volumen total aparente del soporte. La porosidad se mide, por ejemplo, mediante porosimetría con mercurio. Se trata de un aparato que envía mercurio a presión a una muestra porosa. Este aparato da la distribución de los diámetros de los poros, pero también la porosidad del cuerpo poroso.

La existencia de un gradiente con una porosidad media sobre una porción volúmica dada con un grosor constante significa que, si esta porción con un grosor constante está dividida en una serie de espacios elementales iguales que corresponden a unos tramos que se extienden transversalmente con respecto al eje longitudinal de la porción, la porosidad media de estos espacios elementales varía cuando se desplaza a lo largo del eje longitudinal de esta porción.

La densidad de flujo por unidad de presión y la permeabilidad de un soporte poroso traducen la facilidad con la que un medio fluido tiene para atravesar dicho soporte. La densidad de flujo, en el sentido de la invención, designa la cantidad en m^3 de filtrado que atraviesa la unidad de superficie (en m^2) de soporte por unidad de tiempo (en s). La densidad de flujo por unidad de presión se mide, por lo tanto, en $m^3/m^2/s/Pa \times 10^{-12}$.

La permeabilidad, en el sentido de la invención, corresponde a la densidad de flujo por unidad de presión por el grosor y se expresa en $m^3/m^2/s/m/Pa \times 10^{-12}$.

Tal y como se extrae de las **figuras 1** y **2**, la membrana de filtración **1** de acuerdo con la invención está adaptada para garantizar la separación o la filtración de moléculas o de partículas contenidas en un medio fluido, de preferencia líquido, de diferentes clases, que consta de una fase sólida o no. En el ejemplo de realización que se ilustra, la geometría de la membrana de filtración **1** es de tipo tubular. De acuerdo con este ejemplo, la membrana de filtración **1** consta de un soporte poroso **2** rígido inorgánico, formado por un material cuya resistencia a la transferencia está adaptada para la separación que hay que realizar. El soporte poroso **2** se realiza a partir de materiales inorgánicos, como los óxidos metálicos, el carbono o los metales. En este ejemplo de realización, el soporte poroso **2** se realiza con una forma alargada que se extiende según un eje central longitudinal **A**. El soporte poroso **2** presenta una sección recta transversal poligonal o, como en el ejemplo que se ilustra en las **figuras 1** y **2**, una sección transversal circular. El soporte poroso **2** presenta de este modo una superficie externa $\mathbf{2_1}$ cilíndrica de sección circular.

El soporte poroso **2** está preparado para constar de al menos uno, y en el ejemplo ilustrado, de un canal **3** realizado en paralelo al eje **A** del soporte. En el ejemplo que se ilustra, el canal presenta una sección recta transversal al eje **A** del soporte, de forma cilíndrica. El canal **3** presenta una superficie interna **4** recubierta por al menos una capa de separación **5**, destinada a estar en contacto con el medio fluido que hay que tratar, que circula por el interior del canal **3** de acuerdo con un sentido de circulación representado por las flechas **f** que permite determinar una entrada **6** y una salida **7** para esta membrana que funciona de modo tangencial. La clase de la o de las capas separadoras **5** se selecciona en función del poder de separación o de filtración que hay que obtener y forma, con el soporte poroso **2**, una unión íntima de tal modo que la presión procedente del medio líquido se transmita al soporte poroso **2**. Esta o estas capas se pueden depositar, por ejemplo, a partir, por ejemplo, de suspensiones que contienen al menos un óxido metálico de los que se utilizan de manera habitual en la producción de los elementos de filtración minerales. Esta o estas capas se ven sometidas después del secado a una operación de sinterización que permite consolidarlas y unirlas entre sí, así como al soporte poroso **2**. Una parte del medio fluido atraviesa la capa separadora **5** y el soporte poroso **2**, de tal modo que esta parte tratada del fluido, denominada filtrado, fluye por la superficie externa $\mathbf{2_1}$ del soporte poroso.

De acuerdo con la invención, la parte del soporte **2** adyacente a la capa de separación **5** se modifica con respecto al resto del soporte. Cerca de la capa de separación **5**, el soporte **2** presenta una colmatación parcial variable que se extiende, a lo largo del soporte, a partir de la superficie interna **4** del soporte **2** sobre la cual se deposita la capa de separación **5**. Esta colmatación se denomina « parcial » porque el soporte no se colmata por completo puesto que deja pasar al filtrado. Esta colmatación se denomina « variable » porque varía cuando se desplaza a lo largo del soporte **2** y crea de este modo, sobre una porción dada **8** con un grosor constante **e** extendiéndose a partir de la superficie interna **4** del soporte **2**, un gradiente de porosidad media, de acuerdo con el sentido de circulación **f** del fluido que hay que tratar. La parte de la porción **8** más colmatada que presenta la porosidad media más baja está situada en la entrada **6** de la membrana, mientras que la parte menos colmatada que presenta la porosidad media más alta está situada en la salida **7** de la membrana. En consecuencia, la densidad de flujo por unidad de presión aumenta a lo largo del soporte **2**, entre la entrada **6** y la salida **7**.El caudal de filtrado que atraviesa la capa de separación **5** y el soporte poroso **2** también es constante a lo largo de la membrana, en la medida en que el gradiente de porosidad media y, por lo tanto, el gradiente de densidad de flujo por unidad de presión varían de manera inversamente proporcional a la presión que ejerce el medio fluido que hay que separar. En efecto, la presión del fluido que hay que tratar disminuye de acuerdo con el sentido de circulación **f** del fluido, esto es desde la entrada **6** hasta la salida **7** de la membrana. El gradiente de densidad de flujo por unidad de presión de la capa se

selecciona, por lo tanto, de tal modo que se obtenga un caudal de filtrado constante a lo largo de toda la membrana.

Además, la invención presenta otra ventaja. En el interior del soporte que se describe en la patente **EP 0 870 534 B1**, el diámetro medio de los poros aumenta y luego disminuye cuando se desplaza transversalmente al sentido de circulación del fluido, desde la capa de separación hacia la superficie externa del soporte, favoreciendo de este modo unas zonas de acumulación. Por el contrario, de acuerdo con la invención la porosidad media del soporte aumenta en el interior del soporte **2** y, en particular, en el interior de la porción **8**, cuando se desplaza transversalmente al sentido de circulación **f** del fluido que hay que tratar, desde la superficie interna **4** del soporte **2** hacia la superficie externa $\mathbf{2_1}$ de este último.

El gradiente de porosidad media se realiza mediante la penetración a partir de la superficie interna **4** del soporte **2** de partículas con un diámetro medio inferior al diámetro medio de los poros del soporte **2**, lo que permite obtener una colmatación c parcial de la porción **8** del soporte **2**. Esta porción **8** se extiende a partir de la superficie interna **4** del soporte **2** destinada a recibir la capa de separación **5**. La porción **8** es una porción volúmica con un grosor constante **e**. Tal y como se representa en la **figura 2** el grosor e corresponde a la profundidad máxima de la colmatación c, profundidad determinada a partir de la superficie interna **4** del soporte **2** sobre la que se deposita la capa de separación **5**. Esta colmatación c correspondiente a la penetración de las partículas se realiza a una profundidad **p** que depende del tamaño, es decir del diámetro de las partículas y de las condiciones experimentales de penetración. Por lo general, la profundidad **p** de la penetración no pasa de unas decenas deµm, valor que alcanza n las partículas más finas.

La existencia de un gradiente de porosidad media en la porción **8** con un grosor constante **e** significa que, si esta porción **8** está dividida en una serie de espacios elementales iguales correspondientes a unos tramos que se extienden transversalmente con respecto al sentido **f** de circulación del fluido, la media de las porosidades que se obtiene para estos espacios elementales aumenta cuando se desplaza longitudinalmente en el sentido de circulación **f** del fluido que hay que tratar.

La existencia de un gradiente con una porosidad media creciente en el nivel de la porción **8** definida con anterioridad se traducirá por la existencia de un gradiente de densidad de flujo por unidad de presión creciente a lo largo del soporte **2**.

La presencia de las partículas en el interior de la porosidad del soporte puede tener dos efectos:

- el primero corresponde a una reducción de la porosidad del soporte;
- el segundo a una disminución del diámetro medio de los poros del soporte.

Estos dos efectos tienen cada uno como consecuencia reducir la densidad de flujo por unidad de presión del soporte.

Para obtener un gradiente de densidad de flujo por unidad de presión a lo largo del soporte **2**, entre la entrada **6** de la membrana que funciona de modo tangencial y su salida **7**, la invención prevé que varíe:

- ya sea la profundidad **p** de penetración de las partículas a lo largo de la membrana. En ese caso, las partículas que se utilizan tienen todas el mismo diámetro medio, la variación de la profundidad **p** de penetración adquiriéndose mediante la modificación de los parámetros del depósito;
- ya sea la porosidad y el diámetro medio de los poros del soporte después de la penetración. En ese caso, se utilizan unas partículas con granulometrías diferentes, la penetración de las partículas más finas realizándose después de la de las partículas más gruesas;
- ya sea mediante la asociación de los dos métodos anteriores.

De acuerdo con una primera variante de la invención, la porosidad media puede aumentar prácticamente de manera continua a lo largo de la porción **8** con un grosor constante **e** entre la entrada **6** y la salida **7**. En ese caso, la densidad de flujo por unidad de presión también aumenta de manera prácticamente continua entre la entrada **6** y la salida **7**.

Tal y como se extrae de manera más precisa del ejemplo que se ilustra en la **figura 2**, este gradiente de porosidad media se puede obtener haciendo que penetren unas partículas a partir de la superficie interna **4** del soporte de acuerdo con una profundidad **p** que disminuye prácticamente de manera continua, de acuerdo con el sentido de circulación **f** del fluido que hay que tratar. Hay que señalar que en las figuras no se respeta la relación dimensional entre la capa de separación **5**, la porción **8** y el soporte poroso **2**: la capa de separación **5** y la porción **8** se han representado a mayor escala, con el fin de ilustrar el objeto de la invención.

De acuerdo con otra variante, la porosidad media puede aumentar, en la porción **8** del soporte **2** con un grosor constante **e**, por tramos $\mathbf{P_i}$. En este caso, la densidad de flujo por unidad de presión también aumenta por tramos $\mathbf{P_i}$ entre la entrada **6** y la salida **7**.

En el caso de un aumento por tramos, la longitud de los tramos tomada de acuerdo con el sentido de circulación **f** correspondiente al espacio elemental para la medición de la porosidad media y de la densidad de flujo por unidad de presión corresponde a la longitud de los tramos $\mathbf{P_i}$. La **figura 3** ilustra el caso en el que este gradiente de porosidad media está causado por una colmatación **c**, que corresponde a una penetración de partículas de acuerdo con un gradiente de profundidad **p**. La profundidad **p** disminuye por tramos $\mathbf{P_i}$, de acuerdo con el sentido **f** de circulación del fluido que hay que tratar, entre la entrada **6** y la salida **7**. En el ejemplo que se ilustra, existen cuatro tramos $\mathbf{P_1}$ a $\mathbf{P_4}$ que corresponden a cuatro profundidades **p** de penetración. La profundidad **p** de penetración en el tramo $\mathbf{P_1}$ situado en la entrada **6** es superior a la profundidad de penetración del tramo $\mathbf{P_2}$ más próximo y así sucesivamente para los demás tramos consecutivos. En el ejemplo que se ilustra, la profundidad **p** de penetración es constante para cada tramo. También se podrá prever que la profundidad **p** de penetración disminuya de manera progresiva en cada tramo, en el sentido de circulación **f**, con un salto de profundidad en el nivel de la unión entre dos tramos consecutivos. Dichos tramos tienen todos, de preferencia, una longitud, considerada de acuerdo con el sentido de circulación, prácticamente idéntica.

Hay que señalar que los ejemplos que se han descrito con anterioridad se refieren a una membrana monocanal que consta de un canal con una forma cilíndrica de sección recta transversal prácticamente ovoide. Por supuesto, el objeto de la invención se puede aplicar en membranas que constan de uno o varios canales de formas variadas y diversas. En el mismo sentido, es evidente que el objeto de la invención se puede aplicar a una membrana que conste de al menos un canal **3** de sección transversal poligonal, dispuesta en un bloque poroso con el fin de formar una membrana de tipo plano. En este tipo de membrana, el soporte poroso **2** consta de una serie de canales **3** superpuestos que presentan, cada uno, una porción recta transversal rectangular y cuyas paredes están recubiertas por una capa separadora **5**. En el caso de membranas que constan de varios canales, el soporte presenta una colmatación parcial como la que se ha definido con anterioridad, cerca de cada superficie interna **4** que delimita un canal **3**. El soporte presenta, por lo tanto, una porosidad modificada, en el espacio adyacente a la superficie interna **4**, espacio situado bien entre un canal **3** y la superficie externa $\mathbf{2_1}$ del soporte, o bien entre dos canales **3**.

El objeto de la invención también pretende proponer un procedimiento para realizar una membrana de filtración **1** como la que se ha descrito con anterioridad. Un procedimiento de este tipo comprende una etapa que consiste en modificar el soporte poroso **2** mediante la penetración, a partir de la superficie interna **4** de dicho soporte, de partículas inorgánicas, con un diámetro medio inferior al diámetro medio **dp** de los poros del soporte **2**. Esta penetración se realiza de tal modo que se obtenga, en la porción **8** con un grosor constante e, un gradiente de porosidad media, de acuerdo con el sentido de circulación del fluido que hay que tratar, la porosidad media mínima estando situada en la entrada y la porosidad media máxima en la salida.

Por diámetro medio inferior al diámetro medio **dp** de los poros del soporte **2** se entiende, de preferencia, que el diámetro medio de las partículas inorgánicas está comprendido entre **dp**/100 y **dp**/2.

La penetración de las partículas en el interior del soporte **2** se realiza por medio de una suspensión defloculada de estas partículas. La defloculación de la suspensión es necesaria con el fin de evitar la formación de aglomerados de partículas y, por lo tanto, conservar unas partículas con una forma individualizada capaces de penetrar en el interior de los poros del soporte. La suspensión presenta, de forma ventajosa, una baja viscosidad.

Estas partículas están formadas por un material inorgánico, como los óxidos metálicos, el material inorgánico constitutivo de las partículas inorgánicas pudiendo ser idéntico al que forma el soporte y/o la capa de separación **5**.

A la etapa de penetración le sigue una etapa de sinterización que permite volver a agrupar las partículas presentes en los poros del soporte sólido **2**, implicando un engrosamiento y un amalgamamiento de dichas partículas y fijando la colmatación del soporte poroso **2**. Para realizar una colmatación **c** parcial variable que cree, de acuerdo con el sentido de circulación del fluido que hay que tratar, un gradiente de porosidad media, la porosidad media mínima estando situada en la entrada y la porosidad media máxima en la salida, conviene realizar una penetración variable de partículas inorgánicas en el interior de la porción **8** del soporte poroso.

La descripción que se da a continuación concierne a un procedimiento para realizar una membrana como la que se ilustra en la **figura 2**. En este caso, la penetración de partículas con la misma granulometría se realiza en el interior de los poros de la porción **8** a una profundidad **p** medida a partir de la superficie interna **4** del soporte **2** que disminuye de acuerdo con el sentido de circulación **f** del fluido que hay que tratar. Una penetración variable de este tipo en función de la longitud del soporte se puede realizar mediante el método del barnizado. Este método consiste en disponer el soporte poroso **2** verticalmente y en llenar el canal **3** con una suspensión defloculada de partículas inorgánicas de diámetro medio inferior al diámetro medio **dp** de los poros del soporte por medio de una bomba de tipo peristáltico y con una velocidad de rotación variable. El tiempo de llenado del canal se denomina **Tr**. El tiempo durante el cual el soporte se mantiene llenado con la suspensión por acción sobre la velocidad de rotación de la bomba se denomina **Ta**. El soporte se vacía a continuación mediante la inversión del sentido de rotación de la bomba, el tiempo de vaciado denominándose **Tv**. Los tres tiempos **Tr**, **Ta**, **Tv** definen el tiempo de contacto **Tc** entre cada punto de la superficie interna **4** del soporte **2** y la suspensión.

En un punto **x** de la superficie interna **4** del soporte **2** situado a una altura **h**, el tiempo de contacto **Tc** con la suspensión es igual a:

$$Tc = (Tr + Ta + Tv) - Ss / Qpr * h - Ss / Qpv * h \quad (I)$$

donde:

Tr = tiempo de llenado

Ta = tiempo de espera tubo lleno

Tv = tiempo de vaciado

Tc = tiempo de contacto

Qpr = caudal de la bomba durante el llenado

Qpv = caudal de la bomba durante el vaciado

Ss = porción de los canales

h = altura de llenado

La profundidad **p** de penetración de las partículas en el interior del soporte depende del tiempo de contacto **Tc** entre el soporte poroso **2** y la suspensión. También está previsto vaciar los canales **3** de manera progresiva con el objetivo de obtener un tiempo de contacto **Tc** entre la suspensión de partículas y el soporte **2** que aumenta de manera progresiva y de forma prácticamente continua entre la parte superior del soporte que corresponde a la salida **7** y la parte inferior del soporte que corresponde a la entrada **6**. Se puede obtener, de este modo, una profundidad **p** de penetración que aumenta a partir del extremo superior hasta el extremo inferior del soporte. De este modo, utilizando diferentes valores del tiempo de contacto **Tc**, actuando sobre **Tr**, **Ta** y **Tv** de acuerdo con la relación **(I)**, se puede seleccionar la masa de las partículas inorgánicas que penetran en el interior del soporte **2**.

Para realizar una membrana como la que se ilustra en la **figura 3**, un procedimiento puede consistir en dividir el canal **3** en una serie de tramos **Pi** con una longitud prácticamente igual, por ejemplo en cuatro tramos $\mathbf{P_1}$ a $\mathbf{P_4}$ en el ejemplo que se ilustra. A continuación la superficie del canal **3** se pone en contacto con una suspensión defloculada de partículas con un diámetro medio inferior al diámetro medio **dp** de los poros del soporte. De una manera clásica y muy conocida, la profundidad **p** de penetración se controla mediante los parámetros de concentración de la suspensión y del tiempo de contacto entre la suspensión y el soporte poroso **2**. Para una misma suspensión, el tiempo de contacto se reducirá desde el tramo $\mathbf{P_4}$ al tramo $\mathbf{P_1}$.

Otra técnica que permite obtener una colmatación c variable consiste en realizar unas penetraciones sucesivas de partículas inorgánicas que presentan unos diámetros medios diferentes, estos diámetros debiendo ser siempre inferiores al diámetro medio de los poros del soporte. En particular, se pueden realizar dos penetraciones sucesivas, una primera utilizando partículas inorgánicas cuyo diámetro medio $\mathbf{d_1}$ está comprendido entre **dp**/100 y **dp**/2, y a continuación una segunda realizada con unas partículas inorgánicas cuyo diámetro medio $\mathbf{d_2}$ está comprendido entre $\mathbf{d_1}$/100 y $\mathbf{d_1}$/2.

Por supuesto, la fabricación de un soporte poroso que consta de una colmatación parcial variable que se extiende a partir de la superficie interna **4** se puede realizar mediante otros procedimientos diferentes de los que se han descrito con anterioridad. Seleccionando la colmatación y, por lo tanto, el valor del gradiente de porosidad media y de densidad de flujo por unidad de presión de la porción 8 en función del valor del gradiente de la presión del fluido que hay que tratar que circula por el canal **3**, se podrá obtener un caudal de filtrado prácticamente constante a lo largo del canal **3** de circulación.

Por otra parte, de acuerdo con otro aspecto de la invención, se puede prever utilizar para la colmatación unas partículas inorgánicas idénticas en tamaño y en composición a las que se han utilizado para la fabricación de la capa de separación **5**. La invención prevé entonces realizar durante la operación de penetración de las partículas un depósito en la superficie interna **4** de este soporte **2**. En esas condiciones, la colmatación del soporte y el depósito de la capa de separación 5 se realizan de forma simultánea. En ese caso, la capa de separación **5** podrá presentar un grosor que disminuye de acuerdo con el sentido de circulación **f** del fluido que hay que tratar, tal y como se describe en la patente **EP 1 074 291**.

Por el contrario, si las partículas que se utilizan para la colmatación son diferentes de las que se utilizan para la fabricación de las capas separadoras, la invención prevé entonces evitar la formación de un depósito en la superficie interna **4** del soporte poroso **2**, durante la penetración de las partículas inorgánicas en el interior del soporte **2**.

En los ejemplos que se dan a continuación, se utiliza un soporte monocanal con un diámetro externo de 10 mm y con un diámetro interno de 6 mm, y con una longitud de 1.200 mm. Este soporte poroso presenta un diámetro medio equivalente de poros de 5 µm.

En las paredes del canal se realiza, en primer lugar, el depósito de una suspensión de óxido de titanio que permite

después de la sinterización obtener un diámetro medio equivalente para este depósito de 1,5 µm.

Con el fin de analizar la homogeneidad del depósito, la membrana realizada de este modo se corta en 12 tramos con una longitud de 10 cm, los cuales se miden en permeabilidad al agua. Esta membrana se ha realizado a título de referencia, en ausencia de colmatación.

La tabla de acuerdo con la **figura 4** presenta, a partir de agua como fluido:

- la densidad de flujo por unidad de presión medida para cada tramo;
- el grosor de la capa con un diámetro medio equivalente de los poros de: 1,5 µm;
- la permeabilidad de la capa determinada tomando para el soporte un valor de la densidad de flujo por unidad de presión de $6,9 \times 10^{-8}$.

Los valores que se presentan en esta tabla muestran que los tramos son relativamente homogéneos en densidad de flujo, en grosor de capa y, por lo tanto, en permeabilidad.

Las pérdidas de carga del fluido que circula en el interior de una membrana como la anterior con una longitud de 1.178 mm en función de la velocidad de circulación se presentan en la tabla de la **figura 5**.

Como referencia, también se muestran los caudales de filtrado de esta membrana en función de la posición de la extracción en la membrana. Estas mediciones se realizan con un aparato compuesto por una carcasa TAMI CéRAM Inside ref. CLC 120100100 cortada en cuatro partes iguales. En cada una de las partes se disponen:

- unas salidas para el filtrado cerca de cada extremo;
- unos empalmes clamp DN 38 en las entradas/salidas disponibles de cada tramo.

Las juntas que permiten realizar la estanquidad en los empalmes clamp son específicas porque constan de un agujero con un diámetro de 9,5 mm en sus centros. Las cuatro carcasas se unen juntas por medio de sus juntas específicas.

La membrana de 1.178 mm de longitud se dispone en el interior de estas cuatro carcasas y el conjunto se une a continuación a una bomba que permite obtener unos caudales de circulación comprendidos entre 100 y 500 l/h correspondientes a unas velocidades respectivas de 1 y 5 m/s. En esta condiciones y por medio de las salidas de filtrados de cada carcasa, el caudal de filtrado se mide para cada una de las carcasas. La tabla de la **figura 6** define las condiciones experimentales y da los valores de caudal de filtrado que se obtienen.

Parece que, sea cual sea la velocidad de circulación, el caudal del tramo depende del valor de la presión. Esta última es la consecuencia de la pérdida de carga de flujo del fluido en el interior de la membrana. La relación entre el caudal del tramo de entrada y el caudal del tramo de salida aumenta con la velocidad de circulación hasta alcanzar el valor de 1,82 a una velocidad de 5 m/s.

La descripción que se da a continuación pretende ofrecer tres ejemplos de realización de membrana de acuerdo con la invención.

Ejemplo de realización 1 de acuerdo con la invención

Este ejemplo corresponde a la penetración en el interior del soporte **2** de una suspensión de partículas que también puede servir para realizar una capa de separación **5**.

Se prepara una suspensión de partículas de óxido de titanio cuya granulometría es de 0,5 µm. Esta suspensión de deflocula por medio de una agente específico denominado COATEX que separa las partículas entre sí y suprime cualquier sedimento. No se añade ningún aglutinante orgánico con el fin de obtener una viscosidad muy baja.

Se utilizan unos soportes monocanales con un diámetro externo de 10 mm y con un diámetro interno de 6 mm, y con una longitud de 1.200 mm. Estos soportes porosos tienen un diámetro medio equivalente de los poros de 5 µm y son idénticos a los que se han tomado anteriormente como referencia. Estos soportes se ven entonces sometidos a una operación de barnizado. Los valores de **Tr**, **Ta** y **Tv** utilizados se indican en la tabla de la **figura 7**. Para cada trío de valores de **Tr/Ta/Tv**, se modifican dos soportes mediante la penetración de la suspensión y a continuación, después del secado, se calcinan a una temperatura del orden de 1.100 ºC. Los soportes modificados de este modo están definidos por su trío de valores **Tr/Ta/Tv**, esto es, por ejemplo 10/10/40.

El primer soporte modificado de cada serie se mide en permeabilidad al agua por medio de la carcasa que se ha utilizado con anterioridad. Se ha utilizado una única velocidad (5 m/s) para estas mediciones.

El segundo soporte modificado se corta de tal modo que se realicen unas extracciones en forma de delgados tramos (entre 2 y 3 mm de altura) en unas longitudes 0 mm, 300 mm, 500 mm, 700 mm y 1.178 mm. Estos tramos están

destinados a la medición de la penetración en el interior del soporte así como del grosor del depósito existente sobre la superficie interna **4** del soporte, si existe este depósito.

La tabla de la **figura 8** presenta los valores de caudal según los tramos.

Los tramos están numerados de 1 a 4, el nº 1 correspondiendo a la parte inferior del soporte durante la operación de barnizado. Estos resultados muestran que, para las membranas de acuerdo con la invención, con respecto a la referencia anterior, el caudal por tramo se uniformiza de manera considerable en función del orden del tramo. Estos resultados son la consecuencia directa del gradiente de densidad de flujo por unidad de presión que compensa el gradiente de presión que existe a lo largo del canal.

Las mediciones de la penetración de las partículas en el interior de la porosidad del soporte se han realizado en los tramos con bajos grosores extraídos en las longitudes 0 mm, 300 mm, 700 mm y 1.178 mm. Estos tramos de poco grosor se han llenado con la resina de barnizado y a continuación se han pulido con el fin de observar en un único plano la penetración de las partículas por medio de un microscopio electrónico de barrido.

La tabla de la **figura 9** presenta las mediciones de penetración de las partículas dentro del soporte así como el grosor de las capas. El análisis de esta tabla lleva a la constatación de que las partículas han penetrado efectivamente en el interior de la porosidad del soporte a partir de su superficie interna **4** y de que la profundidad de penetración es la consecuencia efectiva del tiempo de contacto con la suspensión. Tal y como se ha indicado con anterioridad, el tiempo de contacto en un punto del soporte depende de la altura de este punto. Los resultados muestran que la profundidad de penetración varía con este tiempo de contacto y que se obtiene de este modo un gradiente de profundidad de penetración, por lo tanto de densidad de flujo por unidad de presión y de porosidad que favorece de este modo la homogeneidad de los caudales de filtrados.

Cuando la profundidad de penetración se vuelve elevada, las partículas ya no pueden progresar en el interior del soporte. El soporte se puede considerar como colmatado. Pero, como la aspiración capilar se mantiene, las partículas continúan llegando a la superficie del soporte y forman un depósito. Esto es lo que muestran los valores del grosor de la capa correspondiente a este depósito que son iguales a cero cuando el tiempo de contacto es bajo, a continuación se vuelven positivas e incluso altas para unos valores elevados de este tiempo de contacto. El depósito puede corresponder a la capa de separación **5** de la membrana.

Ejemplo de realización 2 de acuerdo con la invención

En este ejemplo las partículas inorgánicas utilizadas para la etapa de penetración no pueden servir para realizar una capa de separación **5**. En este caso la invención evita la formación de un depósito.

Se utilizan unos soportes monocanales con un diámetro externo de 10 mm y con un diámetro interno de 6 mm, y con una longitud de 1.200 mm. Estos soportes porosos tienen un diámetro medio equivalente de los poros de 5µm y son idénticos a los que se han tomado anteriormente como referencia.

Las partículas inorgánicas que se utilizan son unas partículas de óxido de titanio que tienen un diámetro medio de partículas de 1 µm. Este diámetro se obtiene después de una trituración enérgica en un recipiente que contiene unas bolas con un diámetro de 5 mm de aluminio. Estas partículas se defloculan por medio de un aditivo de la familia de los COATEX. La suspensión no contiene ningún otro aglutinante orgánico y la concentración de partículas es inferior a 50 g/l. Los valores de estos dos parámetros están destinados a obtener una viscosidad muy baja.

Los soportes se modifican mediante barnizado por medio de esta suspensión, de acuerdo con las condiciones experimentales del depósito que se definen en la tabla de la **figura 10**.

En esta serie de realización de penetración de partículas en el interior del soporte **2**, la velocidad de vaciado se ha aumentado de manera significativa, con el fin de realizar una tensión de cizallamiento en la pared de la membrana y de este modo erosionar el depósito que podría tener tendencia a formarse. Los tres tiempos 10 s, 5 s y 3 s de vaciado corresponden respectivamente a unas velocidades de 0,117 m/s, 0,234 m/s y 0,398 m/s.

Se realizan tres soportes para cada trío **Tr/Ta/Tv**. Estos soportes modificados se calcinan a 1.100 ºC, a continuación dos de ellos experimentan las mismas extracciones y mediciones que en el ejemplo de realización 1 anterior, el tercero estando destinado a recibir un depósito de capa separadora **5** para transformarlo en membrana.

La tabla de la **figura 11** presenta los valores de caudales medidos en estos soportes modificados. Los valores de caudal que se obtienen mediante este método son menos homogéneos que con el método anterior, pero siguen siendo mucho mejores que los de la referencia. La velocidad de vaciado mejora la homogeneidad de los caudales y representa, por lo tanto, un parámetro importante. Las profundidades de las diferentes penetraciones, así como los grosores de los depósitos, si estos existen, se han determinado de acuerdo con el método anterior. La tabla de la **figura 12** presenta los resultados que se han obtenido. Esta tabla muestra que la penetración de las partículas de 1 µm es menor que la del ejemplo anterior con unas partículas de 0,5 µm. Sea cual sea el tipo de soporte modificado, la penetración en la parte inferior de este último es siempre mayor que en la parte superior, creando de este modo un gradiente de porosidad y, por lo tanto, de densidad de flujo por unidad de presión favorable para la obtención de

caudales homogéneos.

En el tercer soporte modificado se ha realizado el depósito de una capa de separación que presenta un diámetro medio de poros de 0,2 µm.

Después del depósito, el secado y la sinterización, los resultados que se obtienen con la carcasa utilizada en la medición del soporte por tramo se presentan en la **figura 13**. Durante estas mediciones, la velocidad de circulación ha sido de 5 m/s. La homogeneidad que se observa en los soportes modificados se vuelve a encontrar en la membrana. Este resultado es normal ya que el depósito que forma la membrana es muy regular, lo que corresponde a añadir en cada tramo del soporte modificado una resistencia hidráulica o una permeabilidad prácticamente idéntica.

Ejemplo de realización 3 de acuerdo con la invención

En este ejemplo, se han utilizado dos polvos de partículas con un diámetro medio diferente. Se ponen en contacto dos suspensiones de estos dos polvos con el soporte, una tras otra, de tal modo que se incremente la colmatación del soporte, sin que se produzca un depósito en la superficie de los canales. Las partículas con un diámetro mayor se utilizan en primer lugar.

Se realiza una primera penetración de acuerdo con el ejemplo de realización 2.

Se utilizan dos soportes monocanales con un diámetro externo de 10 mm y con un diámetro interno de 6 mm, y con una longitud de 1.200 mm realizados en el ejemplo de realización 2. No obstante, únicamente se utilizan los soportes con las referencias 10/40/5 y 10/40/3 en los cuales no existe ningún depósito en la superficie de los canales.

Las segundas partículas que se utilizan son unas partículas de óxido de titanio que presentan un diámetro medio de partículas de 0,1 µm. El polvo se deflocula por medio de un aditivo de la familia de los COATEX. La suspensión no contiene ningún aglutinante orgánico y la concentración del polvo es inferior a 20 g/l. Los valores de estos dos parámetros están destinados a obtener una viscosidad muy baja.

Las condiciones experimentales del barnizado realizado con esta última suspensión se definen en la tabla de la **figura 14**. Estas condiciones son idénticas a las del ejemplo 2 para evitar la formación de un depósito. Como en el ejemplo 1, se realizan tres soportes para cada trío **Tr/Ta/Tv**. Estos soportes modificados se calcinan a 900 ºC y a continuación se someten a las mismas extracciones y mediciones que en el ejemplo de realización 2 anterior. La tabla de la **figura 15** presenta los valores de caudales medidos en estos soportes modificados. Con el fin de diferenciarlo del ejemplo anterior, se ha añadido la notación /0,1 en la referencia de cada soporte modificado. Parece que la penetración de un polvo fino en el interior de una colmatación formada con partículas gruesas tiene consecuencias muy importantes en el caudal de los tramos puesto que los valores de estos caudales son los más bajos de la serie de los ejemplos de realización de la invención. Con respecto a los valores de referencia de la tabla de la **figura 6**, los valores de la tabla de la **figura 15** son alrededor de 3 o 4 veces más bajos, mostrando de este modo la eficacia de la doble penetración a partir de dos polvos con una granulometría muy diferente.

Como en el ejemplo 2, la alta velocidad de vaciado favorece la homogeneidad de los caudales. La penetración del polvo más fino no se ha podido determinar, ya que no resulta fácil diferenciar las partículas de mayor granulometría de las partículas de granulometría más baja, después de la sinterización. No obstante, no se ha observado ningún depósito en la superficie interna **4** del soporte **2**.

En el tercer soporte modificado se ha realizado un depósito que permite obtener una capa de separación con un diámetro medio de poros de 0,2 µm. Después de la sinterización, se prueba esta nueva membrana y los valores que se han obtenido se presentan en la tabla de la **figura 16**. Los valores de los caudales de los tramos para cada membrana son homogéneos. Además, con respecto a los valores que se presentan en la tabla de la **figura 8** obtenidos para el ejemplo de realización 1 en el cual se ha realizado una membrana con un diámetro de poros idéntico, se observa que el caudal de los tramos es considerablemente más bajo, aproximadamente en una proporción de 2. Esta proporción muestra una ventaja suplementaria de la invención ya que permite obtener unos caudales muy diferentes para una misma capa membranaria y un soporte antes de una modificación idéntica.

REIVINDICACIONES

1. Membrana para la filtración tangencial de un fluido que hay que tratar, dicha membrana constando de un soporte poroso (**2**) que delimita al menos un canal de circulación (**3**) para el fluido que hay que tratar que circula en un sentido dado (**f**) entre una entrada (**6**) y una salida (**7**), la superficie interna (**4**) del soporte poroso (**2**) que delimita el canal (**3**) estando recubierta por al menos una capa de separación (**5**) para el fluido que hay que tratar, una fracción denominada filtrado atravesando la capa de separación (**5**) y el soporte poroso (**2**), **que se caracteriza porque** el soporte presenta una colmatación (**c**) parcial variable que se extiende a partir de la superficie interna (**4**) del soporte (**2**) sobre la cual se deposita la capa de separación (**5**), dicha colmatación creando, en una porción dada (**8**) del soporte (**2**) con un grosor constante (**e**) que se extiende a partir de la superficie interna (**4**) del soporte (**2**), un gradiente de porosidad media, de acuerdo con el sentido de circulación del fluido que hay que tratar, la porosidad media mínima estando situada en la entrada (**6**) y la porosidad media máxima en la salida (**7**).

2. Membrana de acuerdo con la reivindicación 1 **que se caracteriza porque** la colmatación (**c**) parcial variable crea en una porción (**8**) del soporte (**2**) con un grosor dado (**e**) que se extiende a partir de la superficie interna (**4**) del soporte (**2**) un gradiente de densidad de flujo por unidad de presión, de acuerdo con el sentido de circulación del fluido que hay que tratar, la densidad de flujo por unidad de presión mínima estando situada en la entrada (**6**) y la densidad de flujo por unidad de presión máxima en la salida (**7**).

3. Membrana de acuerdo con la reivindicación 1 **que se caracteriza porque** la porosidad media del soporte (**2**) aumenta cuando se desplaza en el interior del soporte, transversalmente al sentido de circulación del fluido que hay que tratar, entre la superficie interna (**4**) y la superficie externa ($\mathbf{2_1}$) del soporte (**2**).

4. Membrana de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3 **que se caracteriza porque** la colmatación (**c**) parcial variable de la porción (**8**) se realiza a una profundidad (**p**), a partir de la superficie interna (**4**) del soporte (**2**), que se reduce de acuerdo con el sentido de circulación (**f**) del fluido que hay que tratar entre la entrada (**6**) y la salida (**7**).

5. Membrana de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3 **que se caracteriza porque** la colmatación (**c**) parcial variable de la porción (**8**) se debe a un aumento del diámetro medio de los poros de la porción (**8**) de acuerdo con el sentido de circulación (**f**) del fluido que hay que tratar entre la entrada (**6**) y la salida (**7**).

6. Membrana de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5 **que se caracteriza porque** la colmatación (**c**) parcial variable de la porción (**8**) se obtiene mediante la penetración a partir de la superficie interna (**4**) del soporte (**2**) de partículas inorgánicas con un diámetro medio inferior al diámetro medio **dp** de los poros del soporte (**2**).

7. Membrana de acuerdo con la reivindicación 6 **que se caracteriza porque** a la penetración de partículas inorgánicas le sigue una sinterización.

8. Membrana de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 7 **que se caracteriza porque** la porción (**8**) con un grosor constante (**e**) presenta una porosidad media que aumenta prácticamente de manera continua de acuerdo con el sentido de circulación (**f**) del fluido que hay que tratar, entre la entrada (**6**) y la salida (**7**), de tal modo que se obtiene un caudal de filtrado prácticamente constante a lo largo del canal (**3**) de circulación.

9. Membrana de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 7 **que se caracteriza porque** la porción (**8**) con un grosor constante (**e**) presenta una porosidad media que aumenta por tramos ($\mathbf{P_i}$) de acuerdo con el sentido de circulación (**f**) del fluido que hay que tratar, entre la entrada (**6**) y la salida (**7**), dichos escalones teniendo todos, de preferencia, una longitud, tomada de acuerdo con el sentido de circulación (**f**), prácticamente idéntica.

10. Procedimiento de fabricación de una membrana para la filtración tangencial de un fluido que hay que tratar, que consta de un soporte poroso (**2**) que delimita al menos un canal de circulación (**3**) para el fluido que hay que tratar que circula en un sentido dado (**f**) entre una entrada (**6**) y una salida (**7**), la superficie interna (**4**) del soporte poroso (**2**) que delimita el canal (**3**) estando recubierta por al menos una capa de separación (**5**) para el fluido que hay que tratar, **que se caracteriza porque** comprende una etapa que consiste en modificar el soporte poroso (**2**) mediante la penetración, a partir de la superficie interna (**4**) del soporte poroso (**2**) que delimita el canal (**3**), de partículas inorgánicas con un diámetro medio inferior al diámetro medio **dp** de los poros del soporte (**2**) de tal modo que se obtenga en una porción (**8**) con un grosor constante dado (**e**) que se extiende a partir de la superficie interna (**4**) del soporte (**2**), un gradiente de porosidad media, de acuerdo con el sentido de circulación del fluido que hay que tratar, la porosidad media mínima estando situada en la entrada(**6**) y la porosidad media máxima en la salida(**7**).

11. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10 **que se caracteriza porque** a la etapa que consiste en modificar el soporte poroso (**2**) mediante penetración le sigue una etapa de sinterización.

12. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10 u 11 **que se caracteriza porque** el valor del gradiente de porosidad media de la porción (**8**) se selecciona en función del valor del gradiente de la presión del fluido que hay que tratar que circula por el canal (**3**), con el fin de obtener un caudal de filtrado prácticamente constante a lo largo del canal (**3**) de circulación.

13. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 10 a 12 **que se caracteriza porque** el diámetro

medio de las partículas inorgánicas está comprendido entre **dp**/100 y **dp**/2.

14. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 10 a 13 **que se caracteriza porque** la penetración se realiza de tal modo que las partículas inorgánicas penetren en el interior de los poros de la porción (**8**) a una profundidad (**p**), a partir de la superficie interna (**4**) del soporte (**2**) sobre la cual se deposita la capa de separación (**5**), que se reduce de acuerdo con el sentido de circulación (**f**) del fluido que hay que tratar entre la entrada (**6**) y la salida (**7**).

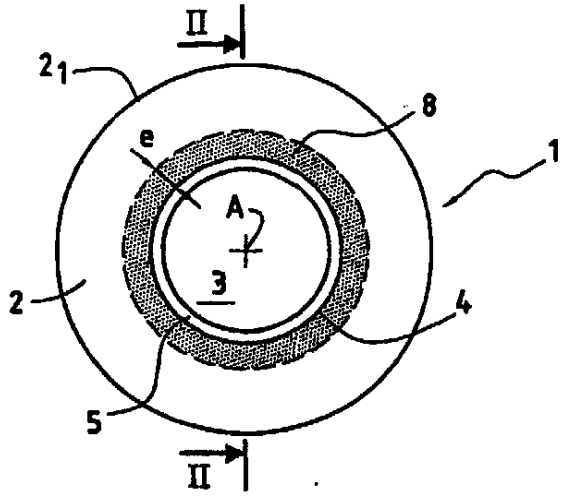
15. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 14 **que se caracteriza porque** consiste en garantizar la penetración de las partículas inorgánicas a partir de la superficie interna (**4**) del soporte poroso (**2**):

- disponiendo verticalmente el soporte poroso (**2**), el extremo inferior del soporte correspondiendo a la entrada (**6**) y el extremo superior del soporte a la salida (**7**);
- llenando el canal (**3**) con una suspensión defloculada de las partículas inorgánicas;
- y vaciando el canal (**3**) de forma progresiva, con el objetivo de obtener un tiempo de contacto **Tc** entre la suspensión de partículas inorgánicas y la superficie interna (**4**) del soporte (**2**), que aumenta de forma progresiva, con el fin de obtener una profundidad (**p**) de penetración, a partir de la superficie interna (**4**) del soporte (**2**), que se reduce de acuerdo con el sentido de circulación (**f**) del fluido que hay que tratar entre la entrada (**6**) y la salida (**7**), es decir, entre el extremo inferior y el extremo superior del soporte poroso (**2**).

16. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 15 **que se caracteriza porque** el gradiente de porosidad media en la porción (**8**) con un grosor constante dado (**e**) se realiza mediante penetraciones sucesivas de una primera serie de partículas inorgánicas cuyo diámetro medio $\mathbf{d_1}$ está comprendido entre **dp**/100 y **dp**/2, y a continuación por una segunda serie de partículas inorgánicas cuyo diámetro medio $\mathbf{d_2}$ está comprendido entre $\mathbf{d_1}$/100 y $\mathbf{d_1}$/2.

17. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 10 a 16, **que se caracteriza porque**, de manera simultánea a la penetración, se realiza un depósito de las partículas inorgánicas sobre la superficie interna (**4**) del soporte, este depósito formando tras la sinterización la capa de separación (**5**).

FIG.1



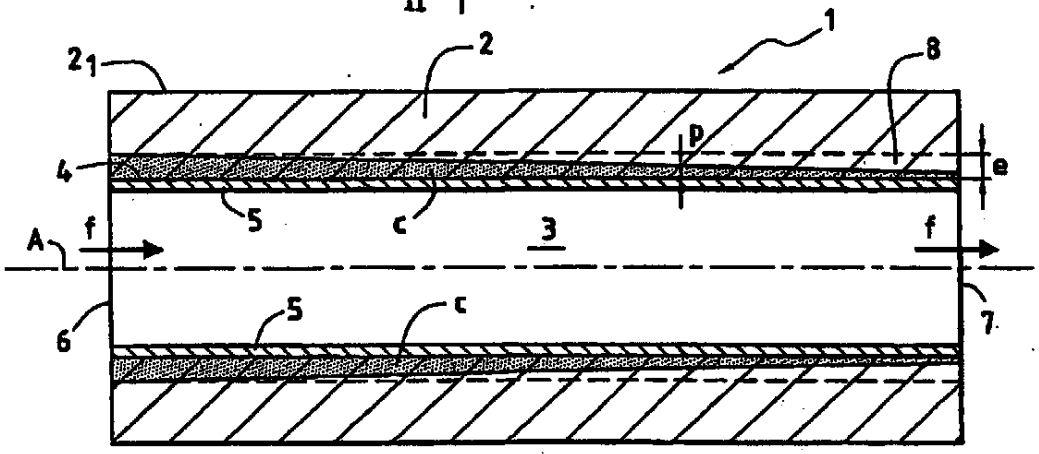


FIG.2

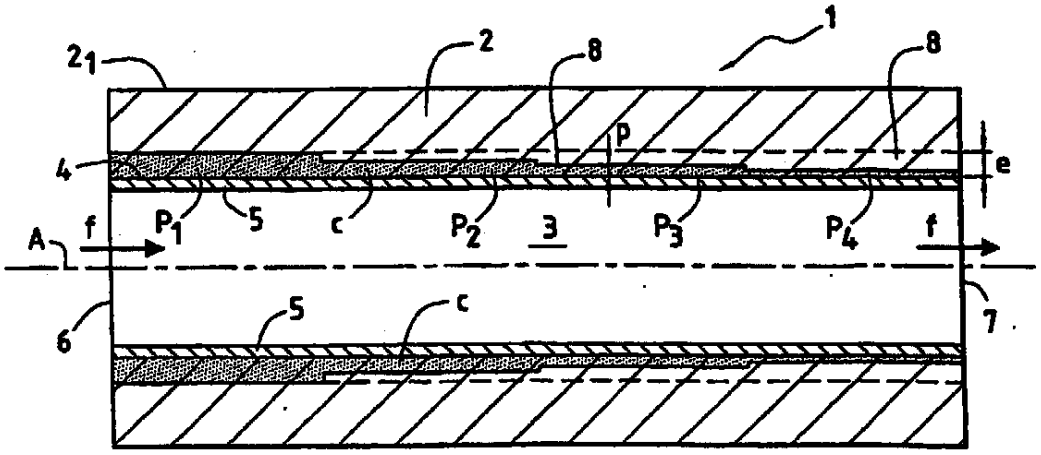


FIG.3

	Tramos											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Densidad de flujo por unidad de presión $m^3/m^2/s/Pa \times 10^{-8}$	2,80	2,61	2,62	2,61	2,59	2,64	2,59	2,60	2,61	2,63	2,68	2,70
Grosor µm	48	48	48	49	48	49	49	50	48	60	50	50
Permeabilidad de la capa $m^3/m^2/s/m/Pa \times 10^{-12}$	2,00	2,012	2,018	2,048	1,882	1,881	2,02	2,074	2,044	2,123	2,16	2,21

FIG. 4

Velocidad de circulación (m/s)	1	2	3	4	5
Pérdida de carga (b)	0,20	0,30	0,45	0,60	0,85

FIG. 5

	Tramo 1	Tramo 2	Tramo 3	Tramo 4	Relación Caudal entrada/caudal salida
V (m/s)	1	1	1	1	
Presión media del tramo (b)	1,18	1,13	1,08	1,03	
Caudal tramo (l/h)	6.630	6.310	6.026	4.946	1,34
V (m/s)	2	2	2	2	
Presión media del tramo (b)	1,26	1,19	1,11	1,04	
Caudal tramo (l/h)	7.120	6.616	6.234	5.018	1,42
V (m/s)	3	3	3	3	
Presión media del tramo (b)	1,39	1,28	1,17	1,06	
Caudal tramo (l/h)	7.848	7.142	6.552	5.118	1,53
V (m/s)	4	4	4	4	
Presión media del tramo (b)	1,53	1,38	1,23	1,08	
Caudal tramo (l/h)	8.668	7.632	6.868	5.226	1,64
V (m/s)	5	5	5	5	
Presión media del tramo (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	
Caudal tramo (l/h)	9.864	8.568	7.416	5.406	1,82

FIG. 6

Tr (s)	Ta (s)	Tv (s)	Tc en segundos según longitud y relación (1)				
			Parte inferior soporte	300 mm	500 mm	700 mm	Parte superior soporte
10	10	40	60	47,2	38,7	20,2	10
10	40	10	60	55	51,5	48,1	40
10	40	40	90	77,2	68,7	60,2	40

FIG. 7

Tipo de soporte	Peso depositado (g)		Tramo 1 (parte inferior soporte modificado)	Tramo 2	Tramo 3	Tramo 4 (parte superior soporte modificado)	Relación Caudal máx./caudal mín.
10/10/40	1,13	Presión media del tramo (b)	1,74	1,53	1,33	1,12	1,24
		Caudal tramo (l/h)	4.170	3.985	3.983	4.042	
10/40/10	1,5	Presión media del tramo (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,03
		Caudal tramo (l/h)	4.100	3.995	3.974	4.053	
10/40/40	1,6	Presión media del tramo (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,06
		Caudal tramo (l/h)	3.823	3.832	3.984	4.043	

FIG. 8

Tipo de soporte	Nº del tramo	Caudal (l/h)	Profundidad de penetración de las partículas dentro del soporte (µm)	Grosor de la capa (µm)
10/10/40	1 (parte inferior soporte modificado)	4.171	12	3
	2	4.292	10	2
	3	4.780	5	0
	4 (parte superior soporte modificado)	5.166	2	0
10/40/10	1 (parte inferior soporte modificado)	4.171	13	6
	2	3.985	12	4
	3	3.984	9	2
	4 (parte superior soporte modificado)	4.043	5	2
10/40/40	1 (parte inferior soporte modificado)	3.823	17	6
	2	3.832	13	5
	3	3.984	9	2
	4 (parte superior soporte modificado)	4.043	5	2

FIG. 9

Tr (s)	Ta (s)	Tv (s)	Tc en segundos según longitud y relación (1)				
			Parte inferior soporte	300 mm	500 mm	700 mm	Parte superior soporte
10	10	10	30	24,9	21,5	18,1	10
10	40	5	55	51,8	48,6	46,1	40
10	40	3	53	49,6	47,4	45,2	40

FIG. 10

Tipo de soporte	Peso depositado (g)		Tramo 1 (parte inferior soporte modificado)	Tramo 2	Tramo 3	Tramo 4 (parte superior soporte modificado)	Relación Caudal máx./caudal mín.
10/10/10	0,8	Presión media del tramo (b)	1,74	1,53	1,33	1,12	1,42
		Caudal tramo (l/h)	7.455	6.131	6.374	5.256	
10/40/5	0,9	Presión media del tramo (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,19
		Caudal tramo (l/h)	6.499	6.499	6.374	5.458	
10/40/3	1,2	Presión media del tramo (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,06
		Caudal tramo (l/h)	6.117	6.131	6.374	6.468	

FIG. 11

Tipo de soporte	Nº del tramo	Caudal (l/h)	Profundidad de penetración de las partículas dentro del soporte (µm)	Grosor de la capa (µm)
10/10/10	1 (parte inferior soporte modificado)	7.455	11	2
	2	6.131	9	2
	3	6.374	8	0
	4 (parte superior soporte modificado)	5.256	6	0
10/40/5	1 (parte inferior soporte modificado)	6.499	14	0
	2	6.131	12	0
	3	6.374	9	0
	4 (parte superior soporte modificado)	5.458	7	0
10/40/3	1 (parte inferior soporte modificado)	6.117	14	0
	2	6.131	13	0
	3	6.374	9	0
	4 (parte superior soporte modificado)	6.468	8	0

FIG. 12

Tipo de soporte	Peso depositado (g)		Tramo 1 (parte inferior membrana)	Tramo 2	Tramo 3	Tramo 4 (parte superior membrana)	Relación Caudal máx./caudal mín.
10/10/10	1,13	Presión media del tramo (b)	1,74	1,53	1,33	1,12	1,06
		Caudal tramo (l/h)	1.203	1.145	1.142	1.186	
10/40/5	1,5	Presión media del tramo (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,05
		Caudal tramo (l/h)	1.198	1.156	1.138	1.139	
10/40/3	1,6	Presión media del tramo (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,07
		Caudal tramo (l/h)	1.045	1.047	1.095	1.125	

FIG. 13

Tr (s)	Ta (s)	Tv (s)	Tc en segundos según longitud y relación (1)				
			Parte inferior soporte	300 mm	500 mm	700 mm	Parte superior soporte
10	10	10	30	24,9	21,5	18,1	10
10	40	5	55	51,8	48,6	46,1	40
10	40	3	53	49,6	47,4	45,2	40

FIG. 14

Tipo de soporte	Peso depositado (g)		Tramo 1 (parte inferior soporte modificado)	Tramo 2	Tramo 3	Tramo 4 (parte superior soporte modificado)	Relación Caudal máx./caudal mín.
10/40/5/0,1	0,4	Presión media del tramo (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,19
		Caudal tramo (l/h)	1.950	1.839	1.912	1.637	
10/40/3/0,1	0,45	Presión media del tramo (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,18
		Caudal tramo (l/h)	1.835	1.839	1.912	1.617	

FIG. 15

Tipo de soporte	Peso depositado (g)		Tramo 1 (parte inferior membrana)	Tramo 2	Tramo 3	Tramo 4 (parte superior membrana)	Relación Caudal máx./caudal mín.
10/10/40	1,1	Presión media del tramo (b)	1,74	1,53	1,33	1,12	1,05
		Caudal tramo (l/h)	502	487	485	495	
10/40/10	1,3	Presión media del tramo (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,06
		Caudal tramo (l/h)	498	490	470	469	
10/40/40	1,65	Presión media del tramo (b)	1,74	1,53	1,32	1,11	1,07
		Caudal tramo (l/h)	431	432	451	461	

FIG. 16