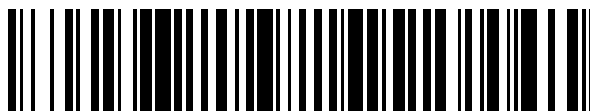


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 686 020**

51 Int. Cl.:

G01N 15/08 (2006.01)

G01N 33/44 (2006.01)

B01D 65/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.01.2012** **PCT/US2012/022409**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.08.2012** **WO12103124**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.01.2012** **E 12738846 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.07.2018** **EP 2668489**

54 Título: **Prueba acelerada de integridad de gases mezclados de materiales porosos**

30 Prioridad:

24.01.2011 US 201161435623 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

16.10.2018

73 Titular/es:

EMD MILLIPORE CORPORATION (100.0%)
400 Summit Drive
Burlington, MA 01803, US

72 Inventor/es:

HOA, JIBIN;
GIGLIA, SALVATORE;
JOENS, MICHAEL y
TUCELLI, RONALD

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 686 020 T3

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).

DESCRIPCIÓN

Prueba acelerada de integridad de gases mezclados de materiales porosos

5 Campo de la invención

La invención se refiere en general al campo de las pruebas de validación de materiales porosos. En ciertas realizaciones, la invención se refiere a pruebas de validación de materiales porosos que usan métodos, dispositivos y sistemas de prueba acelerada de la integridad de gases mezclados.

10

Antecedentes de la invención

15

Los materiales porosos desempeñan un papel importante en una amplia variedad de aplicaciones industriales, incluido el procesamiento, por ejemplo, filtrado, envasado, contenido y transporte de productos manufacturados y materias primas. Los entornos industriales en los que se utilizan incluyen las industrias farmacéutica y de biotecnología; las industrias del petróleo y el gas y las industrias de procesamiento y envasado de alimentos, por nombrar solo algunas.

20

En las industrias farmacéutica y biotecnológica, así como en la industria de procesamiento de alimentos, los materiales porosos (por ejemplo, membranas y similares) se usan como dispositivos de filtración para eliminar contaminantes indeseables y potencialmente dañinos de productos finales comercializables. El control de calidad y la garantía de calidad requieren que estos dispositivos de filtración cumplan con los criterios de rendimiento deseados. Las pruebas de la integridad de las membranas porosas proporcionan un medio para garantizar que un dispositivo en particular cumpla con los criterios de rendimiento deseados. Normalmente, en el caso de membranas porosas, la prueba de integridad asegura que la membrana está libre de defectos (por ejemplo, libre de brechas en la membrana que superen una limitación de tamaño deseada) que dañarían la función de la membrana y permitiría que el producto final se contaminase con material dañino o indeseable.

25

30

Las pruebas de la integridad adecuadas para asegurar los criterios de rendimiento de las membranas porosas (por ejemplo, membranas porosas dentro de dispositivos de filtración y similares) se han empleado previamente e incluyen, por ejemplo, i) prueba de exposición a partículas; ii) prueba de porometría líquido-líquido; y iii) prueba de punto de burbuja (ver Patentes de Estados Unidos n.º 6.983.504; 6.568.282; 5.457.986; y 5.282.380; así como Phillips y DiLeo, 1996, Biologicals 24: 243; Knight y Badenhop, 1990, 8ª Conferencia Anual de Planificación de Membranas, Newton, MA; Badenhop; Meltzer y Jorritz, 1998, Filtración en la industria biofarmacéutica, Marcel Dekkar, Inc., Nueva York, NY).

35

Sin embargo, las pruebas de exposición a partículas, las pruebas de porometría líquido-líquido, las pruebas de punto de burbuja y las pruebas de difusión aire-agua tienen sus propias limitaciones.

40

Por ejemplo, las pruebas de exposición a partículas son destructivas para la membrana que se prueba y, por tanto, solo pueden realizarse una vez en una muestra determinada. Aunque puede usarse para pruebas de membrana de integridad después del uso, no es adecuada para la validación previa al uso, excepto para validar el rendimiento de un lote de producción de membrana. La validación del lote, sin embargo, proporciona poca seguridad con respecto a la integridad de las membranas individuales dentro de un lote de producción. Además, los procedimientos y análisis de prueba pueden ser difíciles y complejos.

45

50

Las pruebas basadas en flujo, incluida la prueba de porometría líquido-líquido y la prueba de punto de burbuja, no proporcionan una medición universal directa del rendimiento retentivo de una membrana porosa, sino que evalúan el rendimiento en función de una correlación entre los datos de la prueba de integridad (por ejemplo, difusión de gas o líquido) y el rendimiento retentivo de la membrana.

Algunas pruebas basadas en flujo también tienen una sensibilidad limitada (por ejemplo, límite de detección de tamaño de los defectos de una membrana porosa).

55

Además, las pruebas basadas en el flujo están limitadas a membranas de una sola capa, por lo que los defectos presentes en una sola capa o membrana porosa de un dispositivo multicapa no son detectables usando pruebas basadas en flujo.

60

Las pruebas binarias de integridad de gases proporcionan un método de prueba de la integridad alternativo adecuado para garantizar los criterios de rendimiento deseados de las membranas de filtración porosa y ofrece un método para detectar defectos en las membranas de filtración porosa.

65

Normalmente, en una prueba de integridad de membrana de gases binarios, dos gases se comprimen y se introducen por el lado de la alimentación de un elemento de filtro poroso (por ejemplo, una membrana), se humedecen (por ejemplo, se humedecen con agua), por lo que uno de los gases permea a través del capa humectada con agua más rápido que el otro gas. Una porción del gas de alimentación se usa como barrido para

mantener una composición de gas constante en el lado de la alimentación. Se usa un analizador de gases para controlar una concentración particular de gas en el lado del permeado hasta que la concentración de gas en el lado del permeado alcance el estado estacionario. La integridad del elemento de filtro poroso puede determinarse entonces mediante la concentración final de gas en el lado del permeado.

En el método de prueba de la integridad de gases binarios, la concentración de gas inicial en el lado del permeado del elemento de filtro poroso no es la misma que la concentración de gas en el estado estacionario final. Cuando se prueba la integridad de un elemento filtrante poroso mediante la prueba de integridad de gases binarios, es deseable poder completar la prueba lo más rápido posible. Sin embargo, la rapidez de la prueba está limitada por la duración de tiempo necesaria para eliminar el gas preexistente presente en el lado del permeado del elemento de filtro poroso.

Por ejemplo, la Patente de Estados Unidos n.º 7.594.425, titulada "Methods and Systems for Integrity Testing of Porous Materials", y asignada a Millipore Corporation, enseña métodos de prueba de la integridad de gases binarios en los que la determinación de la composición de gas en equilibrio medida en el lado del permeado de una membrana de filtración se retrasa hasta que el gas preexistente haya sido expulsado del sistema. El "tiempo de descarga" del gas preexistente depende del caudal de difusión del gas desde el lado de la alimentación al lado del permeado, y el volumen del lado del permeado corriente abajo del gas preexistente. Cuando el caudal de difusión del gas en la prueba de integridad de gases binarios es pequeña en relación con el volumen del lado del permeado, el tiempo de descarga puede aumentar significativamente el tiempo total requerido para completar la prueba, así como aumentar el consumo del gas de alimentación utilizado a fin de completar la prueba.

Por lo tanto, existe la necesidad de una prueba de integridad de materiales porosos adecuados para una variedad de materiales porosos, que incluyen materiales porosos de una sola capa, materiales porosos que tienen una configuración multicapa, membranas porosas y filtros, solo por nombrar unos pocos, lo que proporciona un patrón universal no correlativo para evaluar el rendimiento y la integridad de materiales porosos. Sería deseable proporcionar una prueba de integridad que sea relativamente rápida, sensible, no destructiva para los materiales porosos que se prueban, económica y fácil de ejecutar.

Además, sería deseable proporcionar una prueba de integridad que permita la caracterización del tamaño y la densidad de cualquier defecto o defectos en una capa o capas de material filtrante poroso, membrana porosa o elemento poroso, con el fin de determinar si uno de los criterios de rendimiento del material poroso se han visto comprometidos por el defecto, o si el defecto no tiene importancia en términos de criterios de rendimiento.

Deseablemente, dicha prueba de integridad proporcionaría una determinación más rápida de la integridad de una o más capas de material poroso que el uso de los métodos de prueba de la integridad actuales, lo que da como resultado menores costes de prueba y una mayor productividad. Deseablemente, dicha prueba de integridad permitiría la medición simultánea del caudal de difusión de aire del material poroso que se está probando. También existe la necesidad de un dispositivo o de un dispositivo y sistema que pueda implementar dichos métodos de prueba de la integridad de la capa(s), membrana(s) o elemento(s) de material filtrante poroso.

El documento US 2007/080104 A1 describe un dispositivo de filtro multicapa que se puede someter a pruebas para su integridad. El documento US 2007/089489 A1 describe métodos y sistemas para pruebas de la integridad de materiales porosos. El documento US 2010/223980 A1 describe una prueba de integridad rápida de materiales porosos. El documento EP 0640822 A2 describe una prueba de integridad para estructuras porosas que usan emisión acústica.

Sumario

En respuesta a las necesidades anteriores, la presente invención proporciona un método de prueba acelerado de la integridad de gases mezclados de acuerdo con la reivindicación 1 para pruebas de la integridad de materiales porosos de una sola capa y de múltiples capas que son simples, rápidos, repetibles y no destructivos para los materiales porosos que se prueban. La presente invención está dirigida a reducir el tiempo necesario para completar la prueba de integridad de materiales, elementos y membranas porosos de una sola capa y de múltiples capas.

En ciertas realizaciones, la invención proporciona un dispositivo de prueba acelerada de la integridad de gases mezclados que tiene una carcasa para recibir muestras de materiales porosos humectados de una y varias capas (por ejemplo, membranas, capas, láminas, elementos filtrantes porosos y similares) para probar su integridad. Una vez dispuesta dentro de la carcasa del dispositivo, la muestra porosa humectada tiene un lado de la alimentación y un lado del permeado. En el lado del permeado de la muestra porosa humectada, la carcasa está en comunicación fluida con i) un condensador de proceso, ii) una membrana hidrófoba opcional para evitar que el agua libre entre al analizador de O₂, iii) un desecante opcional para evitar que el vapor de agua entre al analizador de O₂, iv) un transmisor de presión absoluta, v) una sonda de termopar, vi) un componente de recirculación de gas, vii) un componente de alivio de la presión de gas para mantener constante la presión de gas del lado del permeado, viii) un analizador de la composición de gas, y ix) una válvula de conmutación de cinco puertos.

En otras realizaciones, la presente invención proporciona un método para determinar la integridad de muestras de materiales porosos humectados monocapa y multicapa (por ejemplo, membranas, capas, láminas, elementos filtrantes porosos y similares) alojados en un dispositivo de prueba acelerada de la integridad de gases mezclados usando un método de prueba acelerado de la integridad de gases mezclados.

5 En otra realización más, la invención proporciona un sistema para evaluar la integridad de materiales porosos monocapa y multicapa usando métodos y dispositivos de prueba acelerada de la integridad de gases mezclados proporcionados en la presente invención.

10 En aún otra realización, la invención proporciona métodos para localizar al menos un defecto en materiales porosos monocapa y multicapa usando los métodos acelerados de prueba de la integridad de gases mezclados proporcionados en la presente invención.

15 En realizaciones adicionales, la invención proporciona métodos para caracterizar un defecto en materiales porosos monocapa y multicapa usando los métodos acelerados de prueba de la integridad de gases mezclados proporcionados en la presente invención.

20 En otra realización más, la invención proporciona un método para evaluar la integridad de una o más membranas de filtración de líquidos porosa que comprende al menos un defecto usando los métodos acelerados de prueba de la integridad de gases mezclados proporcionados en la presente invención.

25 En aún otras realizaciones, la invención proporciona métodos para evaluar la integridad de materiales porosos de múltiples capas e independientes de características específicas de los materiales porosos usando los métodos acelerados de prueba de la integridad de gases mezclados proporcionados en la presente invención, de modo que los métodos de prueba de la integridad sean independientes de uno o más de los siguientes:

- i) las propiedades físicas de los materiales porosos monocapa y multicapa que se están probando;
- ii) los cambios volumétricos en los materiales porosos monocapa y multicapa y/o la carcasa que contiene los materiales porosos que se están probando; y
- 30 iii) el área superficial del material poroso monocapa y multicapa que se está probando.

En algunas realizaciones, la invención proporciona un patrón universal para evaluar la integridad de un solo material poroso, tal como una membrana porosa o capa porosa.

35 Ciertas realizaciones de la invención proporcionan un método para determinar la integridad de membranas porosas monocapa y multicapa, tales como elementos de filtración de líquidos, monitorizando la dirección de la tendencia de la concentración (es decir, estable, aumento o disminución) de un gas particular con relación a la concentración basal del gas de descarga del lado del permeado.

40 Algunas realizaciones de la invención proporcionan un método de prueba de la integridad de materiales porosos monocapa y multicapa en función de la concentración de uno o más gases en el permeado.

45 Ciertas realizaciones de la invención proporcionan un método de prueba de la integridad de gases mezclados acelerada, independiente del caudal de difusión de gases a través de materiales porosos humectados de una o varias capas

En ciertas realizaciones, la presente invención proporciona un método de prueba acelerado de la integridad de gases mezclados que incluye uno o más de los siguientes componentes:

- 50 i) un componente de purga de gas del lado del permeado;
- ii) un componente de reducción del volumen del lado del permeado ubicado dentro de la carcasa; y
- iii) un componente de circulación del lado del permeado.

55 Otras realizaciones de la invención proporcionan un sistema para evaluar la integridad de materiales porosos monocapa y multicapa usando los métodos y dispositivos de prueba acelerada de la integridad de gases mezclados proporcionados en la presente invención que pueden incluir además uno o más dispositivos sensores (por ejemplo, un dispositivo para tomar muestras y/o analizar la composición del gas del lado del permeado), uno o más ordenadores (por ejemplo, un ordenador personal), acceso a internet, una o más redes y/o una o más bases de datos.

60 En otra realización más, la invención proporciona un método de prueba acelerado de la integridad de gases mezclados para evaluar la distribución de tamaños de defectos de un material poroso monocapa y multicapa aumentando o disminuyendo la presión del gas de alimentación de una manera gradual.

Otras realizaciones de la invención proporcionan un método de prueba acelerado de la integridad de gases mezclados para evaluar la integridad de materiales porosos monocapa y multicapa usando la composición de mezcla gaseosa presente en el permeado.

5 Objetos y ventajas adicionales de la invención se expondrán en parte, en la descripción que sigue, y en parte serán evidentes a partir de la descripción, o se pueden aprender mediante la puesta en práctica de la invención. Los objetos y ventajas de la invención se realizarán y alcanzarán por medio del proceso indicado en las reivindicaciones adjuntas.

10 Las realizaciones específicas descritas en este documento se ofrecen solo a modo de ejemplo y no se pretende que sean limitantes de ninguna manera. Debe entenderse que tanto la descripción general anterior como la siguiente descripción detallada son solo ilustrativas y explicativas y no son restrictivas de la invención, como se reivindica.

Breve descripción de los dibujos

15 En general, cada una de las Figuras proporciona ilustraciones representativas esquemáticas de realizaciones de la invención y sus componentes. Las formas de ubicación relativas, y/o los tamaños de los objetos se encuentran exagerados y/o simplificados para facilitar la discusión y la presentación en este documento.

20 La Figura 1 es una sección transversal esquemática de un sistema acelerado de pruebas de la integridad de gases mezclados para un material poroso de acuerdo con una realización de la invención tal como se describe en este documento.

La Figura 2 es un diagrama esquemático de un sistema acelerado de pruebas de la integridad de gases mezclados (GIT-100) de acuerdo con una realización de la invención tal como se describe en este documento.

25 La Figura 3 es un gráfico que muestra el impacto de tres condiciones variables (es decir, el volumen de gas del lado del permeado, la purga de gas del lado del permeado y la circulación de gas) en el tiempo de prueba de la integridad de gases binarios según una realización de la invención como se enseña en este documento, comparado con métodos de prueba de gases binarios de la técnica anterior.

30 Las Figuras 4A y 4B son gráficos que muestran el tiempo requerido para encontrar un defecto en un material poroso cuando la concentración de gas en el lado del permeado del material poroso está cerca del valor de equilibrio, para la combinación de gas del lado de la alimentación seleccionada, al comienzo de la prueba. Se realizaron varias pruebas aceleradas de gases binarios en un supuesto material poroso integral y se midió el impacto de cuatro condiciones variables sobre el resultado de la prueba de gases binarios. La primera condición ilustra la supuesta respuesta de prueba del material poroso integral generado al usar la configuración de prueba de gases binarios modificada con un orificio perforado por láser de diámetro conocido instalado en el lado del permeado de la prueba con la válvula de fuga SV-106 cerrada durante la prueba. La Figura 4A ilustra el comportamiento descrito para un dispositivo de material poroso monocapa. La Figura 4B ilustra el comportamiento descrito para un dispositivo de material poroso multicapa.

40 Descripción de las formas de realización

Todas las publicaciones, patentes y solicitudes de patentes citadas en este documento, ya sea arriba o a continuación, se incorporan en su totalidad en la presente invención por referencia en la misma extensión que si cada publicación individual, patente o solicitud de patente se indicara específica e individualmente para ser incorporada por referencia.

50 Para los fines de esta memoria descriptiva y las reivindicaciones adjuntas, a menos que se indique lo contrario, todos los números que expresan cantidades de ingredientes, porcentajes o proporciones de materiales, condiciones de reacción y otros valores numéricos utilizados en la memoria descriptiva y las reivindicaciones debe entenderse que están modificados en todos los casos por el término "aproximadamente".

Por consiguiente, a menos que se indique lo contrario, los parámetros numéricos establecidos en la siguiente memoria descriptiva y las reivindicaciones adjuntas son aproximaciones que pueden variar dependiendo de las propiedades deseadas que se pretende obtener mediante la presente invención. Como mínimo, y no como intento de limitar la aplicación de la doctrina de equivalencias al alcance de las reivindicaciones, cada parámetro numérico debe interpretarse al menos a la luz del número de dígitos significativos informados y mediante la aplicación de técnicas de redondeo ordinarias.

60 A pesar de que los intervalos numéricos y los parámetros que establecen el amplio alcance de la invención son aproximaciones, los valores numéricos expuestos en los ejemplos específicos se informan de la manera más precisa posible. Sin embargo, cualquier valor numérico inherentemente contiene ciertos errores necesariamente resultantes de la desviación típica encontrada en sus respectivas mediciones de prueba. Además, debe entenderse que todos los intervalos descritos en este documento abarcan todos los subintervalos incluidos en el mismo. Por ejemplo, un intervalo de "1 a 10" incluye cualquiera y todos los subintervalos entre (e incluyendo) el valor mínimo de 1 y el valor máximo de 10, es decir, cualquiera y todos los subintervalos que tengan un valor mínimo igual o mayor que 1 y un valor máximo igual o inferior a 10, (por ejemplo, de 5,5 a 10).

Antes de describir la presente invención en más detalle, se definirán varios términos. El uso de estos términos no limita el alcance de la invención, sino que solo sirve para facilitar la descripción de la invención.

Tal como se usa en el presente documento, las formas singulares "un", "una" y "el/la" incluyen referencias en plural a menos que el contexto indique claramente lo contrario.

La expresión "integral" como se usa en el presente documento cuando se refiere a materiales porosos tales como una capa porosa o membrana porosa, multicapas porosas, o una pluralidad de membranas porosas, significa un material poroso no defectuoso.

La expresión "no integral" como se usa en la presente invención cuando se refiere a materiales porosos tales como una capa porosa o membrana porosa, multicapas porosas y una pluralidad de membranas porosas significa un material poroso defectuoso. Ejemplos de defectos en una capa o membrana porosa incluyen, pero no se limitan a, poros sobredimensionados, unión inadecuada (por ejemplo, deslaminación o separación) entre una pluralidad de capas porosas o membranas que están unidas entre sí para formar un elemento de múltiples capas, y defectos en la capa porosa o membrana porosa.

La expresión "material poroso", como se usa en el presente documento, incluye, pero no se limita a, una o más membranas, láminas, varillas, discos, tubos, capas, filtros, elementos de filtro, medios de filtración, recipientes, tapas de botellas, cilindros, mangueras, casetes, columnas, virutas, perlas, placas, monolitos porosos y combinaciones de los mismos. Además, los materiales porosos pueden ser plisados, planos y combinaciones de los mismos.

La expresión "criterios universales" para una única capa o membrana porosa, como se usa en el presente documento, significa que los resultados de la prueba proporcionan una medición directa de los criterios de rendimiento que no dependen de la correlación o extrapolación de las propiedades del material poroso para capas o membranas individuales de materiales porosos. El valor resultante obtenido de la prueba es por tanto independiente de las propiedades de los materiales porosos.

Condiciones del método

En ciertas realizaciones, los métodos acelerados de prueba de gases mezclados como se enseñan en este documento usan al menos dos gases que tienen permeabilidades diferentes en el líquido usado para humedecer el material poroso para determinar directamente la integridad de un material poroso.

Las condiciones bajo las cuales se ponen en práctica los métodos acelerados de prueba de gases mezclados de la invención pueden ser seleccionadas por un experto en la materia. Como ejemplo, los métodos de la invención se pueden poner en práctica a una temperatura que varía de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 100 °C, de aproximadamente 4 °C a aproximadamente 60 °C, de aproximadamente 10 °C a aproximadamente 50 °C y de aproximadamente 15 °C a aproximadamente 30 °C. En otras realizaciones, la invención se lleva a cabo a una temperatura de aproximadamente 20 °C. En otra realización, la invención se lleva a cabo a una temperatura de aproximadamente 4 °C.

Cuando se ejecutan los métodos acelerados de prueba de la integridad de gases mezclados proporcionados en la presente invención, la presión del gas en el lado de la alimentación del material poroso es mayor que la presión del gas en el lado del permeado del material poroso, y la presión del gas en el lado de la alimentación del material poroso es menor que el punto de burbuja del material poroso.

El experto en la materia entenderá que al poner en práctica los métodos acelerados de prueba de la integridad de gases mezclados como se enseña en la presente invención, variables tales como la presión operativa del gas de alimentación pueden variarse para cumplir los requisitos de materiales porosos, los límites de sensibilidad y la conveniencia del operador.

Los ejemplos no limitantes de presión del gas de alimentación incluyen intervalos de aproximadamente 1 PSI a aproximadamente 100 PSI (6900-690.000 Pa); de aproximadamente 10 PSI a aproximadamente 70 PSI (69.000-483.000 Pa); de aproximadamente 5 PSI a aproximadamente 60 PSI (34.500-414.000 Pa); y de aproximadamente 20 PSI a aproximadamente 45 PSI (138.000-310.000 Pa).

En otras realizaciones, la invención se pone en práctica a una presión de gas de alimentación de aproximadamente 30 a aproximadamente 50 PSI (207.000-345.000 Pa). En otras realizaciones, la invención se pone en práctica a una presión de gas de alimentación de aproximadamente 50 PSI (345.000 Pa). Aunque en realizaciones adicionales, la invención se pone en práctica a una presión del gas de alimentación de aproximadamente 30 psi (207.000 Pa). Aunque en otras realizaciones, la invención se pone en práctica a una presión de gas de alimentación de aproximadamente 15 PSI (103.500 Pa).

El experto en la materia puede elegir el porcentaje de cada gas en la mezcla de gas de alimentación. Como ejemplo, cuando se usan dos gases, el primer gas puede usarse en un porcentaje de volumen que varía de aproximadamente

el 0,001 % a aproximadamente el 99,999 %, y el segundo gas puede estar presente en un porcentaje de volumen que varía de aproximadamente el 0,001 % a aproximadamente el 99,999 %.

El experto en la materia entenderá que al poner en práctica el método de prueba acelerado de gases mezclados tal como se describe en la presente invención, variables tales como presión operativa, la composición del líquido, la especie de gas y la composición de gas pueden variarse para cumplir los requisitos de los materiales porosos, la límites de sensibilidad y la conveniencia del operador. El experto en la materia también entenderá que las propiedades funcionales o el material poroso (por ejemplo, la retención de una especie diana tal como bacterias, virus, micoplasmas y similares) pueden correlacionarse con las medidas de integridad del material poroso determinadas de acuerdo con la métodos, dispositivos y sistemas proporcionados en la presente invención.

Ciertas formas de realización de los métodos acelerados de prueba de la integridad de gases mezclados de la invención como se describe en este documento proporcionan un método para evaluar la integridad de una(s) capa(s) porosa(s), membrana(s) porosa(s) o materiales porosos. Los métodos de prueba de la integridad pueden realizarse antes o después de que la capa, la membrana o el material porosos se usen para el fin previsto, y se pueden repetir más de una vez, si se desea.

Los métodos acelerados de prueba de la integridad de gases mezclados de la invención tal como se enseñan en la presente invención permiten al experto en la materia elegir la combinación de líquidos, gases y materiales porosos dependiendo de las necesidades individuales. Además, los métodos de prueba de la integridad proporcionados en este documento aumentan la sensibilidad de la evaluación de la integridad de materiales porosos en comparación con los métodos de prueba de difusión de aire descritos previamente. Por lo tanto, ciertas realizaciones de los métodos acelerados de prueba de la integridad de gases mezclados de la invención proporcionan un método para detectar defectos en capa(s), membrana(s) o material(es) porosos que varían de aproximadamente 1 a 100, de aproximadamente 2 a 50 y de aproximadamente 10 a 50 veces menos que los defectos detectados solo por las pruebas de difusión aire-agua.

Para una variedad de materiales porosos, se puede evaluar el efecto de los defectos sobre las propiedades retentivas de los materiales porosos.

Cuando es deseable cuantificar el tamaño del defecto y/o la densidad de población defectuosa en materiales porosos, los métodos de prueba de la integridad proporcionados en este documento se pueden poner en práctica bajo modos de aumento de presión de gas de manera que se mida una pluralidad de puntos de datos a medida que aumenta la presión de gas, incluyendo, por ejemplo, el caudal de flujo permeado.

Realizaciones adicionales de los métodos acelerados de prueba de gases binarios en el aire proporcionan métodos para cuantificar defectos en los materiales porosos en función del tamaño. El experto en la materia apreciará que los intervalos de detección estarán influenciados, por ejemplo, por el área de los materiales porosos usados, la elección de los gases, la elección del fluido humectante y la presión o presiones de prueba.

Materiales porosos

Los métodos de prueba de la integridad de la presente invención se pueden usar con cualquier medio filtrante de cualquier tamaño que pueda someterse a una prueba de integridad usando gases o líquidos. Los materiales porosos seleccionados para la prueba de integridad dependen de la aplicación, las características de filtración deseadas, el tipo y tamaño de partícula a filtrar, y el flujo deseado.

La integridad de una o más capas o membranas de materiales porosos se puede evaluar utilizando los métodos, dispositivos y sistemas acelerados de prueba de la integridad de gases binarios en el aire proporcionados en este documento.

Los materiales porosos pueden comprender materiales orgánicos y/o inorgánicos.

Además, los materiales porosos pueden comprender un material hidrófilo, un material hidrófobo, un material oleófilo, un material oleófilo o cualquier combinación de los mismos. Los materiales porosos pueden comprender un polímero y/o un copolímero, y los polímeros y el copolímero pueden estar reticulados.

Los materiales porosos pueden comprender cualquier material adecuado, que incluye, pero no se limita a, polímeros tales como poliolefinas que incluyen polietileno (por ejemplo, polietileno de peso molecular ultraalto), polipropileno, copolímeros de EVA y alfa poliolefinas, polímeros olefínicos de metaloceno, PFA, MFA, politetrafluoroetileno (PTFE), policarbonato, copolímeros de vinilo tales como PVC, poliamidas (por ejemplo, nailon), fluorocarbono (por ejemplo, poli (tetrafluoroetileno-co-perfluoro (alquilviniléter))), poliésteres, celulosa, acetato de celulosa, celulosa regenerada, compuestos de celulosa, polisulfona, polietersulfona (PSE), poliarsulfona, polifenilsulfona, poliácridonitrilo, fluoruro de polivinilideno (PVDF) y mezclas de los mismos. Además de los polímeros, los materiales porosos también pueden comprender fibras de vidrio, materiales cerámicos, metales y combinaciones y/o mezclas de los mismos.

En ciertas realizaciones, el material poroso incluye, por ejemplo, una membrana de filtración de líquidos porosa capaz de excluir solutos basados en una o más propiedades de los solutos (por ejemplo, el tamaño de los solutos).

5 En ciertas realizaciones, los poros de la membrana de filtración de líquidos porosa pueden ser demasiado pequeños para permitir el paso de partículas de soluto en una solución, que tiene un tamaño específico (por ejemplo, un diámetro o peso molecular particular). Además, algunas o todas las partículas de soluto pueden o pueden no disolverse en la solución.

10 En ciertas realizaciones, el material poroso puede estar en forma de una sola membrana o una pluralidad de membranas. Los materiales porosos pueden ser, por ejemplo, una fibra hueca, un formato tubular, una placa plana, un disco o enrollado en espiral.

15 Los materiales porosos pueden estar contenidos en una carcasa del dispositivo de filtración (por ejemplo, un cilindro, un casete y similares).

La estructura de los poros en la membrana porosa puede ser simétrica o asimétrica.

20 La membrana porosa se puede usar en la filtración de líquidos para separar o eliminar de un líquido filtrado cualquier material no deseado, incluidos contaminantes, microorganismos infecciosos, virus y micoplasmas, toxinas ambientales y contaminantes.

En ciertas realizaciones, cuando el material poroso está compuesto de más de una capa o membrana, se puede proporcionar una salida o puerto para obtener muestras del espacio intersticial o espacios formados en el mismo.

25 Los materiales porosos incluyen, a modo de ejemplo solamente, membranas microporosas, membranas de nanofiltración, membranas de ultrafiltración, membranas de microfiltración y membranas de ósmosis inversa.

Líquidos y agentes humectantes

30 Se puede usar cualquier líquido adecuado como agente humectante para la prueba de la integridad del material poroso de acuerdo con la invención tal como se describe en este documento. La selección de un agente humectante está dentro del nivel de conocimientos ordinarios del experto y se puede determinar en base a las propiedades químicas y físicas del material poroso. Los materiales porosos varían en términos de su humectabilidad, que a menudo se expresa en términos del ángulo de contacto.

35 Los métodos acelerados de prueba de la integridad de gases mezclados de la invención pueden adaptarse para membranas hidrófobas, por ejemplo, seleccionando disolventes no acuosos o prehumedeciéndolos con fluidos de baja tensión superficial tales como, por ejemplo, una mezcla de alcohol isopropílico al 70 % y agua al 30 % e intercambiando el fluido de baja tensión superficial con agua.

40 Un experto en la materia entenderá por tanto que se puede seleccionar un líquido considerando las propiedades químicas de los materiales porosos en los que se prueba su integridad. Como ejemplo no limitante, cuando el material poroso está compuesto de un material hidrófilo, un líquido adecuado incluye agua o una solución compuesta de agua. La solución puede ser, por ejemplo, soluciones acuosas que contienen sales e hidrocarburos oxigenados tales como aldehídos o alcoholes, o alcoholes puros tales como alcohol isopropílico.

45 Cuando los materiales porosos incluyen un material hidrófobo, un líquido adecuado incluye, por ejemplo, cualquier disolvente orgánico tal como dodecano, compuestos perfluorados, tetrafluoruro de carbono, hexano, acetona, benceno y tolueno.

50 Gases

El método acelerado de prueba de gases mezclados que se enseña en este documento proporciona flexibilidad con respecto a las elecciones de componentes y composiciones de líquidos y gases. En ciertas realizaciones, es deseable elegir gases de alimentación que tengan permeabilidades diferentes en el líquido elegido para humedecer el material poroso en que se prueba su integridad. En algunas realizaciones, se pueden usar más de dos gases.

60 En general, es útil elegir combinaciones de gases con grandes diferencias en la permeabilidad a los gases a través del líquido humectante, y composiciones de gases que tienen una especie en concentración traza y la otra presente como la especie a granel. Por ejemplo, las composiciones de gas de alimentación pueden variar de aproximadamente 0,001 a 1 para mezclas de gases binarios usando especies comunes tales como nitrógeno, oxígeno, dióxido de carbono, helio, hidrógeno y hexafluoroetano, con agua como agente humectante líquido de llenado de poros para el material poroso.

65 Para las pruebas con líquidos hidrófobos, como el dodecano, los pares de gases podrían incluir gases de alta permeabilidad, como etano, propano y butano emparejados con gases de baja permeabilidad, como He, H₂ y N₂. En

ciertas realizaciones, al menos uno de los gases puede ser freón (por ejemplo, hexafluoroetano). En otras realizaciones, al menos uno de los gases es un gas noble. En todavía otras realizaciones, al menos uno de los gases es CO₂.

En otras realizaciones, al menos uno de los componentes del gas de alimentación está compuesto por una mezcla de gases. Cuando cada uno de los componentes de los gases se proporciona como una mezcla de más de un gas, la mezcla se puede premezclar antes de poner en contacto el material poroso. Se encuentran disponibles amplios intervalos de composición de gases; por ejemplo, las mezclas de gas de alimentación de hexafluoroetano en CO₂ pueden variar desde menos del 0,1 % hasta más del 99,9 %.

En ciertas realizaciones, la composición del gas de alimentación comprende aire comprimido que consiste en una mezcla de O₂ y N₂. El experto en la materia podrá elegir los gases apropiados y las mezclas de gases basándose en las propiedades conocidas.

Sistemas y dispositivos

El sistema de prueba de la integridad (GIT-100) representado en forma esquemática en las Figuras 1 y 2 incluye un dispositivo (EB-100) que tiene una carcasa del dispositivo (PS-108, PS-109) adecuada para recibir una muestra de material poroso (por ejemplo, una membrana porosa o un elemento de filtración) (PD-100) en que se prueba su integridad. En ciertas realizaciones, la invención proporciona un sistema acelerado de prueba de gases binarios en el aire (GIT-100) adecuado para determinar la integridad de la muestra del material poroso (PD-100).

Como se muestra en la Figura 2 la fuente de gas de alimentación (CA-100) incluye una fuente de gases binarios tal como aire comprimido y similares. Alternativamente, y o además de esto, el dispositivo (EB-100) comprende una o más válvulas, (por ejemplo, válvulas de dos vías, válvulas de tres vías, válvulas de cuatro vías) para controlar el flujo de gases a través del sistema. En una realización para probar la integridad de un material de muestra poroso (PD-100), la muestra porosa se humedece primero con un líquido tal como agua, y luego se coloca dentro de una carcasa del dispositivo (PS-108, PS-109). En ciertas realizaciones de la invención, se coloca una muestra porosa seca dentro de una carcasa de muestra de material poroso (PS-108, PS-109) y se humedece, con un líquido tal como agua, en su lugar con la carcasa.

El lado de la alimentación de la carcasa de la muestra porosa (EB-100) está en comunicación fluida con una fuente de gas de alimentación (CA-100), una válvula de dos vías (AV-105), un regulador electroneumático (I/P-101), un medidor de flujo másico (FI-100), un transmisor de presión absoluta (PT-101), un transmisor de temperatura (TT-101), una trampa de agua, una válvula de drenaje (SV-102) y una válvula de control de flujo (MV-100)

Un gas de alimentación, como aire comprimido, donde O₂ y N₂ son ejemplos no limitantes de un par de gases binarios que se puede usar, de la fuente (CA-100) se introduce a través de una válvula (AV-105), en el lado de la alimentación (FS) de la carcasa (EB-100) y a través de la válvula de control de flujo (MV-100) a la atmósfera.

Un regulador electroneumático (I/P-101) se usa para controlar la presión absoluta (PT-101) en el lado de la alimentación (FS) de la muestra porosa húmeda (PD-100) en la carcasa (EB-100) a una relación constante con respecto a la presión absoluta (PT-100) medida en el lado del permeado (PS) de la carcasa de muestra de material poroso humectado (EB-100). La presión se controla de manera que la presión absoluta del lado de la alimentación (FS) (PT-101) se ajuste a un valor igual al factor de relación de presión ("PR") multiplicado por la presión absoluta medida (PT-100) en el lado del permeado (PS) de la muestra porosa húmeda (PD-100) en la carcasa (EB-100) (por ejemplo, la presión del lado de la alimentación es aproximadamente dos veces la presión absoluta del lado del permeado). Los valores adecuados para el factor de relación de presión ("PR") incluyen, sin limitación, valores que varían de aproximadamente 2 a aproximadamente 10, que incluyen valores tales como 2, 3,5 y 10.

Una válvula de control de flujo (MV-100) (por ejemplo, una válvula de dos vías) se ajusta en el lado de la alimentación (FS) del sistema de prueba (GIT-100) al caudal de barrido del lado de la alimentación deseado para mantener la concentración de gas en el lado de la alimentación constante sobre la muestra porosa humectada (PD-100). El caudal del lado de la alimentación se ajusta de manera que el flujo real (F1-100) sea igual al factor de relación de flujo ("FR") multiplicado por el flujo del lado del permeado medido (F1-102) (por ejemplo, el caudal del lado de la alimentación es 200 veces el caudal de permeado). Los valores adecuados para el factor de relación de flujo incluyen, pero no están limitados a valores que varían de aproximadamente 200 a aproximadamente 1000, que incluyen valores tales como 200, 350 y 1000.

El lado del permeado de la carcasa de muestra porosa húmeda (EB-100) está en comunicación fluida con un condensador de proceso (PC-100), un transductor de presión absoluta (PT-100), un transmisor de temperatura (TT-100), una válvula de descarga de dos vías (AV-102), una válvula de cierre de dos vías (AV-103), un compresor de diafragma (DP-100), una válvula de regulación de contrapresión de precisión (BPRV-100), un analizador de O₂ (O2-100), una válvula de conmutación de cinco puertos (AV-104), una trampa de agua (WT-100) y una válvula de drenaje de dos vías (SV-101).

Para preparar el lado del permeado del equipo de prueba de gases binarios (GIT-100) para una prueba de integridad acelerada, el gas existente de concentración casi atmosférica se elimina y se reemplaza por un gas igual o cercano a la concentración de equilibrio esperada para el dispositivo de material poroso que se prueba bajo las condiciones de prueba seleccionadas (composición de gas del lado de la alimentación, relación de presión, relación de flujo, etc.).

Se abre una válvula de dos vías (SV-101) en el lado del permeado (PS) del sistema de prueba de gases binarios (GIT-100) para permitir el drenaje del agua. Una vez drenada, la válvula (SV-101) se cierra. La válvula de conmutación de cinco puertos (AV-104) se ajusta de modo que el puerto 5 y el puerto 4 se conecten, y el puerto 1 y el puerto 2 se conecten. La válvula de descarga de dos vías (AV-102) y la válvula de cierre de dos vías (AV-103) están abiertas. El compresor de diafragma (DP-100) está encendido. El exceso de flujo se purga a través de la válvula de regulación de contrapresión (BPRV-100) y se suministra un flujo de gas estable constante al analizador de O₂ (O2-100).

La fuente de mezcla de gas de descarga en equilibrio (MG-100) se carga en el lado de entrada de un controlador de flujo másico (FC-100) donde se ajusta el caudal de gas de descarga deseado. El gas de descarga fluye desde la válvula de control de flujo másico (FC-100), a través de la válvula de conmutación de 5 puertos (AV-104), al lado del permeado de la muestra de material poroso (PD-100) y a través del condensador de proceso (PC-100). La mayor parte del flujo de descarga se descarga a la atmósfera a través de la válvula (AV-102); pero una parte fluye a través del compresor de diafragma (DP-100) hacia el analizador de O₂ (O2-100), y se descarga a la atmósfera a través del puerto 2 de la válvula de conmutación de 5 puertos (AV-104). El caudal de gas de descarga se puede optimizar para el volumen del circuito del lado del permeado (PS) del equipo de prueba de gases binarios (GIT-100). La descarga del circuito del lado del permeado (PS) se considera completa cuando la lectura en el analizador de O₂ (O2-100) es estable.

Al finalizar la descarga del lado del permeado (PS), el caudal del gas de descarga se reduce a flujo cero mediante la válvula de control (FC-100). Las válvulas del circuito del lado del permeado (PS) se ajustan para hacer circular el gas del lado del permeado a través del lado del permeado de la muestra de material poroso (PD-100) y el analizador de O₂ (O2-100) durante la prueba.

El gas del lado del permeado (PS) del material poroso (PD-100) circula durante la prueba de integridad. La válvula de descarga (AV-102) está cerrada, la válvula de cierre (AV-103) está abierta y el compresor del diafragma (DP-100) está encendido. El exceso de flujo, resultante de un defecto de fuga y/o flujo difusivo desde el lado de la alimentación (FS) de la muestra de material poroso (PD-100) al lado del permeado (PS) de la muestra de material poroso (PD-100), se purga a través del dispositivo de regulación de contrapresión (BPRV-100) a la atmósfera. Un flujo estable es impulsado a través del analizador de O₂ (O2-100) y en la válvula de conmutación de cinco puertos (AV-104), donde el puerto 1 y el puerto 4 se conectan; y el puerto 3 y el puerto 2 se conectan. La corriente de muestra luego pasa a través de una trampa de agua (WT-100) y vuelve al lado del permeado (PS) de la muestra de material poroso (PD-100).

La integridad de la muestra del material poroso puede evaluarse por una o cualquier combinación de lo siguiente: (i) la concentración absoluta de gas de recirculación del lado del permeado (PS) medido en un tiempo de prueba específico, y (ii) la pendiente de la concentración del gas de recirculación del lado del permeado (PS) durante el período de tiempo de prueba específico.

El sistema acelerado de pruebas de la integridad de gases mezclados (GIT-100) proporcionado en la presente invención reduce el tiempo de prueba de la integridad de gases binarios e incluye, en ciertas realizaciones, uno o más de los siguientes componentes:

- (i) un componente de purga de gas del lado del permeado poroso (por ejemplo, un sistema de alivio de presión (BPRV-100)) que elimina el exceso de gas en el circuito de circulación del lado del permeado y lleva la concentración del gas en el permeado a la concentración de equilibrio o cerca de la concentración de equilibrio para el material poroso que se prueba bajo las condiciones de prueba seleccionadas (composición de gas del lado de la alimentación, relación de presión, relación de flujo, etc.);
- (ii) un componente de reducción del volumen del lado del permeado (PS) de la muestra porosa (por ejemplo, un inserto de cilindro de polímero sólido (PS-105)) ubicado dentro de la carcasa (EB-100) para la reducción de volumen aguas abajo del lado del permeado (PS); y/o
- iii) un componente de circulación del lado del permeado (PS) de la muestra porosa (por ejemplo, compresor de recirculación (DP-100)).

Componente de purga de gas del lado del permeado

En ciertas realizaciones, la presente invención proporciona un método acelerado de prueba de la integridad de gases binarios que tiene un componente de purga de gas del lado del permeado (PS) que elimina el exceso de gas en el permeado y lleva la concentración de gas en el permeado al equilibrio o cerca del equilibrio del material poroso

(PD-100) que se está probando en las condiciones de prueba seleccionadas (composición de gas del lado de la alimentación, relación de presión, relación de flujo, etc.).

En una realización del sistema acelerado de prueba de la integridad de gases binarios en el aire (GIT-100) de acuerdo con esta invención se introduce aire enriquecida con O₂ que tiene la concentración de O₂ deseada a través del recorrido de flujo creado por el puerto 5 y el puerto 4 de la válvula de cinco puertos (AV-104) descargar el gas del lado del permeado pre-existente y establecer una concentración de gas del lado del permeado (PS) basal.

El puerto 1 y el puerto 2 de la válvula de cinco puertos (AV-104) están conectados y abiertos a la atmósfera para ventilar el exceso de gas. La válvula (AV-102) se puede abrir para permitir mayores caudales de gas de descarga. Al finalizar la descarga de gas, la válvula de conmutación de cinco puertos (AV-104) se ajusta de manera que el puerto 1 y el puerto 4 se conecten para crear un recorrido de flujo; y el puerto 3 y el puerto 2 se conectan para crear un recorrido de flujo. El gas del lado del permeado (PS) circula a través del analizador de O₂ (O2-100) mediante un compresor de diafragma (DP-100).

El índice de flujo de difusión de aire puede medirse durante una prueba acelerada de gases binarios conectando un medidor de flujo másico (F1-102) a la salida del sistema de alivio de presión (BPRV-100).

La concentración de permeado en equilibrio de O₂ para un filtro integral poroso, membrana, o similares, es de aproximadamente el 30,6 %, a aproximadamente 54,8 psia (377.832,7 Pa) (libras por pulgada cuadrada absoluta) de presión en el lado de la alimentación (FS) y de 14,8 psia (102.042,41 Pa) de presión en el permeado (PS).

Componente de recirculación de gas del lado del permeado

En ciertas realizaciones, la presente invención proporciona un método acelerado de prueba de la integridad de gases binarios que tiene un componente de circulación del lado del permeado.

La circulación de gas se puede lograr usando un compresor (DP-100) en comunicación fluida con la carcasa (EB-100) y el material poroso (PD-100) en que se prueba su integridad. En ciertas realizaciones, los beneficios de la circulación del gas incluyen una duración reducida del tiempo de prueba, así como beneficios económicos y medioambientales, ya que limita la cantidad de reactivos utilizados. La circulación de gas elimina la necesidad de alcanzar un estado estacionario y, por tanto, proporciona un resultado más rápido en comparación con las pruebas de integridad conocidas previamente.

Además, la ubicación del defecto o defectos en el material de muestra poroso (PD-100) que se está probando puede afectar el tiempo que lleva completar la prueba de integridad. Por ejemplo, si el defecto está en la parte inferior de un material poroso, como el que se encuentra cerca del extremo de salida del permeado (PS-101) como se muestra en la Figura 1, la prueba de integridad tardará más tiempo en completarse que si el defecto estuviera ubicado más cerca del extremo de entrada del permeado (PS-100), también representado en la Figura 1. Sin embargo, independientemente de dónde se encuentre el defecto o defectos en el material poroso que se prueba, el tiempo de prueba se reducirá usando el método acelerado de prueba de la integridad de gases binarios en el aire como se enseña en la presente invención, en comparación con la prueba de difusión de aire o prueba de integridad de gases binarios previamente conocida métodos.

Además, el método acelerado de prueba de la integridad de gases binarios como se describe en la presente invención puede adaptarse fácilmente para acomodar virtualmente cualquier tipo de detector conocido en la técnica, y así en ciertas realizaciones la invención puede evitar el uso de medios de detección incómodos que requieren una línea directa de visión (por ejemplo, un detector fotoacústico). El método acelerado de prueba de la integridad de gases binarios en el aire como se enseña en este documento puede permitir la detección de defectos más pequeños en comparación con las técnicas descritas anteriormente.

Componente de reducción del volumen del lado del permeado

Como se muestra en la Figura 1, ciertas realizaciones de la presente invención proporcionan un método acelerado de prueba de la integridad de gases binarios que tiene un componente de reducción de volumen del lado del permeado (PS) (PS-105) ubicado dentro de la carcasa (EB-100) para la reducción de volumen del lado del permeado. En ciertas realizaciones de la invención, el componente de reducción del volumen del lado del permeado (PS-105) puede incorporar un orificio axial para acomodar un tramo del recorrido de flujo del circuito de circulación del permeado.

Además, la carcasa (EB-100) puede tener ubicada en su interior un inserto de componente sólido, tal como un cilindro (PS-105) o un componente en forma de cilindro, por ejemplo, como se muestra en la Figura 1. El inserto de componente sólido (PS-105) se puede fabricar a partir de un polímero u otro material sólido para proporcionar una reducción de volumen del lado del permeado (PS). El inserto (PS-105) puede adoptar varias formas no limitantes, siempre que el inserto ocupe la cantidad de espacio deseada dentro de la carcasa (EB-100) para proporcionar la cantidad apropiada de reducción de volumen en el lado del permeado (PS) según lo determine el profesional.

Con el fin de reducir el tiempo requerido para completar la prueba de integridad de materiales porosos, como se experimenta normalmente cuando se prueba la integridad de materiales porosos usando métodos de prueba de la integridad de gases binarios conocidos, el gas preexistente del lado del permeado primero se enjuaga con una composición de gas en la concentración de equilibrio prevista para el dispositivo de material poroso (PD-100) que se prueba o cerca de la concentración de equilibrio prevista para el dispositivo de material poroso (PD-100) bajo las condiciones de prueba seleccionadas (composición de gas del lado de la alimentación, relación de presión, relación de flujo, etc.). A continuación, se controla la concentración de un componente de gas específico en el circuito de circulación de gas del lado del permeado (por ejemplo, O₂) y se puede determinar la integridad del material poroso (PD-100) por la dirección de la tendencia de la concentración (es decir, estable, aumento o disminución) para el gas particular (por ejemplo, O₂) que se está controlando en relación con la concentración de gas de descarga basal del lado del permeado.

Por ejemplo, en los métodos binarios de prueba de la integridad de gases como se enseña en la Patente de Estados Unidos 7.594.425, la determinación de la composición de gas en equilibrio medida en el lado del permeado de una membrana se retrasa hasta que el gas preexistente haya sido expulsado del sistema. El "tiempo de descarga" del gas preexistente depende de la velocidad del gas del permeado y del volumen del lado del permeado del gas preexistente. Si el caudal del permeado es pequeño en relación con el volumen del lado del permeado, el tiempo de descarga puede aumentar significativamente el tiempo total requerido para completar un ciclo de prueba y el consumo de gas de alimentación.

Dispositivos de membrana multicapa

Los métodos, sistemas y dispositivos de prueba acelerada de la integridad de gases binarios en el aire proporcionados en la presente invención pueden realizar pruebas de integridad de dispositivos porosos multicapa. Dichos dispositivos multicapa incluyen dispositivos que comprenden más de una capa o membrana de material poroso, que en ciertas realizaciones se pueden configurar o contener dentro de una carcasa, cartucho y similares. El dispositivo multicapa puede comprender 2, 3, 4, o más capas o membranas de material poroso. La primera capa porosa del dispositivo multicapa puede ser la capa que se pone en contacto primero con una muestra de líquido que ingresa al dispositivo. La última capa porosa del dispositivo multicapa puede ser la capa desde la que sale la muestra líquida del dispositivo.

En algunas realizaciones, el dispositivo multicapa puede comprender un espaciador (no mostrado) colocado entre capas adyacentes o apiladas de materiales porosos y que puede facilitar la prueba de integridad del dispositivo multicapa. El espaciador puede ser, por ejemplo, un soporte poroso no tejido.

En otras realizaciones, el dispositivo multicapa no incluye un espaciador entre las capas de material poroso. En algunas realizaciones, las capas de material poroso pueden apilarse de manera que las capas estén muy cerca de cada capa vecina.

En algunas realizaciones, las capas apiladas de material poroso pueden ser contiguas con la capa vecina. En ciertas realizaciones se pueden formar bolsas de aire o gas espontáneamente entre las capas de material poroso.

En otras realizaciones (por ejemplo, cuando al menos una capa del dispositivo comprende una membrana asimétrica) se pueden formar bolsas de aire o gas dentro de al menos una capa del dispositivo multicapa. La bolsa de aire o gas se puede formar en una membrana que es altamente porosa, tal como una membrana de microfiltración.

En ciertas realizaciones, múltiples capas de material poroso apiladas contiguamente con la capa vecina pueden servir ventajosamente para mantener la capacidad retentiva del dispositivo. Por ejemplo, una brecha o defecto en una capa de material poroso dentro de un dispositivo en el que las capas de material poroso están muy próximas puede tener solo un efecto mínimo sobre la capacidad de retención del dispositivo.

La invención también proporciona un sistema para evaluar la integridad de un material poroso. El sistema comprende el dispositivo de prueba de la integridad descrito anteriormente y además comprende una pluralidad de gases y dispositivos sensores adicionales (por ejemplo, un dispositivo para tomar muestras y/o analizar el flujo de permeado). Elegir un dispositivo sensor adicional está dentro de las capacidades del experto en la materia. Los dispositivos sensores adecuados pueden incluir un espectrómetro de masas, una columna de cromatografía de gases, un detector de infrarrojos, un detector ultravioleta, un detector de infrarrojos por transformada de Fourier, un burbujeador/valorador volumétrico. Dado que la composición del gas puede variar en cuatro (4) órdenes de magnitud, es deseable usar un detector que tenga un amplio intervalo de operación. El sistema puede incluir opcionalmente un ordenador, por ejemplo, un ordenador personal. El ordenador puede utilizarse para controlar la automatización de la prueba y también se puede utilizar para almacenar y/o analizar los datos.

Los métodos acelerados de prueba de gases binarios en el aire de la invención enseñados en este documento pueden establecer un criterio universal a priori para una prueba de integridad de una sola capa o membrana. Otras pruebas de integridad de la membrana porosa, como la prueba aire-agua, CorrTest™ (disponible en EMD Millipore

Corporation, Billerica, EE.UU.) dependen de las correlaciones entre las mediciones de prueba y las pruebas de retención independientes para establecer el criterio de integridad para la prueba. La precisión de la correlación depende de la variabilidad inherente de la prueba y los materiales de la membrana, y debe revalidarse siempre que se realicen cambios significativos en la membrana o en los métodos de prueba, materiales, equipos, etc.

Usando los métodos acelerados de prueba de gases binarios como se enseña en este documento, los criterios de integridad absoluta para una sola capa o membrana pueden establecerse independientemente de cualquier característica con respecto a la estructura de la membrana, métodos de prueba de retención, etc. A modo de ejemplos no limitantes de los factores que determinan el criterio de integridad de la membrana se encuentran la composición del gas, la elección del líquido usado para humedecer la membrana (es decir, el líquido humectante) y la relación de presión del gas.

Determinación de la composición del gas de purga del permeado

Una ventaja de los métodos acelerados de prueba de la integridad de gases binarios en el aire enseñados en este documento sobre los métodos de prueba de difusión de aire-agua conocidos es su invariancia a muchas propiedades de prueba y materiales porosos. Los resultados de la prueba de difusión aire-agua pueden variar con los cambios en las propiedades, tales como la porosidad y la tortuosidad de la membrana porosa. Por el contrario, los métodos de prueba de la integridad de gases mezclados proporcionados en la presente invención producen resultados basados en la composición del gas. Como resultado, los métodos acelerados de prueba de gases binarios en el aire proporcionados en este documento pueden proporcionar un patrón universal para evaluar la integridad de materiales porosos monocapa, membranas, filtros y similares.

Para una mezcla binaria de gases, la composición de gas en equilibrio del gas permeado puede predecirse usando la siguiente ecuación:

$$\frac{y_p}{1 - y_p} = \frac{\alpha(x_0 - \text{Pr } y_p)}{1 - x_0 - \text{Pr}(1 - y_p)}$$

Donde y_p es la concentración de permeado del gas de permeación más rápido, α es la relación de las permeabilidades del gas a través del líquido humectante, x_0 es la concentración de salida del gas de permeación más rápido en el lado de entrada de la membrana, y Pr es la relación de presión absoluta en el lado de entrada de la membrana a la presión absoluta en el lado del permeado de la membrana. Si el caudal de alimentación se ajusta a un valor que es mucho mayor que el caudal de permeado, entonces la concentración de salida en el lado de alta presión se puede aproximar como igual a la concentración de entrada. Téngase en cuenta que la concentración del lado del permeado no depende de las características específicas del material poroso, como la porosidad, la tortuosidad y el espesor del fluido humectante, por nombrar algunos. La composición del gas permeado de un dispositivo integral tampoco depende de las propiedades de flujo o del área superficial del material poroso que se está probando.

Una fuga desde el lado de entrada de la membrana al lado del permeado de la membrana causará un cambio en la concentración de gas del lado del permeado. Por lo tanto, una desviación en la concentración del lado del permeado de la concentración integral prevista es indicativa de un defecto. Al cargar el volumen del lado del permeado de un dispositivo de membrana porosa con un gas de composición igual al del permeado de un dispositivo integral, se detectará rápidamente un cambio en la concentración resultante de una fuga.

Los métodos acelerados de prueba de la integridad de gases binarios de la invención reducen el tiempo de prueba de la integridad de los materiales porosos al: i) purgar el gas del lado del permeado con gas de concentración de equilibrio, o al menos cerca del equilibrio; y/o ii) reducir el volumen de gas del lado del permeado; y/o iii) aumentar la circulación de gas del lado del permeado.

El siguiente ejemplo ilustra la ventaja del tiempo de prueba de esta invención. Usando una mezcla de gases binarios del 21 % de oxígeno y el 79 % de nitrógeno (la composición aproximada del aire) a 40 psig (276.000 Pa) como gas de entrada a una membrana porosa humectada con agua, se calcula que la concentración de equilibrio del permeado a 15 psig (103.500 Pa) es del 31,0 % de oxígeno. Suponiendo un volumen del lado del permeado de 200 cm³, un caudal de fuga integral de 10 cm³/min, una fuga desde el lado de entrada de la membrana porosa de 1 cm³/min y una composición inicial conocida, se puede calcular la tasa de cambio de la composición en el volumen aguas abajo.

Como se ve en los gráficos provistos en las Figuras 4A y 4B, un dispositivo con 1 cm³ de fuga se diferencia de un dispositivo integral mucho más rápido si el volumen del lado del permeado se carga inicialmente con un gas de concentración similar al del gas de permeado en equilibrio, que uno donde el volumen del lado del permeado tiene una concentración inicial que es similar a la concentración en el lado de entrada.

Los otros componentes del sistema tales como tapones, entradas, salidas, carcasas, núcleos, puertos, válvulas, etc., pueden estar hechos de una variedad de materiales, como metal, cerámica, vidrio o plástico. Preferiblemente, los componentes están formados de plásticos, más preferiblemente termoplásticos, tales como poliolefinas, especialmente polietileno y polipropileno, homopolímeros o copolímeros de los mismos, copolímeros de etileno y acetato de vinilo (EVA); polisulfonas, polietersulfona (PES), poliarilsulfona, polifenilsulfona, policarbonatos; estirenos; resina de PTFE; polímeros perfluorados termoplásticos tales como PFA; nailon y otros polímeros.

En otras realizaciones, la presente invención proporciona un método para determinar la integridad de materiales porosos monocapa y multicapa usando un método acelerado de prueba de la integridad de gases mezclados que incluye las siguientes etapas:

Método acelerado típico de prueba de gases binarios

Etapas A. El dispositivo (EB-100) está abierto y listo para recibir un material poroso humectado (PD-100) para la prueba. Se carga un material poroso humectado (PD-100) en la carcasa y se cierra el dispositivo (EB-100).

Etapas B. Se realiza una prueba de difusión de aire independiente en el dispositivo de material poroso (PD-100). El lado de la alimentación del dispositivo (EB-100) se presuriza con aire de la fuente de gas comprimido (CA-100) y se controla en el lado de la alimentación deseado para la presión diferencial del lado del permeado. Las válvulas de proceso se cambian para proporcionar un recorrido de flujo del lado del permeado que se extiende desde el lado del permeado del dispositivo de material poroso (PD-100), a un transmisor de presión absoluta (PT-100), a un transmisor de temperatura (TT-100), y a través de un medidor de flujo másico (FI-101).

Etapas C. Al completar la prueba de difusión de aire independiente, el sistema está preparado para una prueba acelerada de gases binarios. El lado de la alimentación del dispositivo (EB-100) se despresuriza y las válvulas de proceso se cambian para permitir el reemplazo de la mezcla de gas en equilibrio en el lado del permeado. La fuente de mezcla de gas de descarga en equilibrio (MG-100) se carga en el lado de entrada de un controlador de flujo másico (FC-100) y se ajusta el caudal de gas de descarga deseado. En primer lugar, la mezcla de gas en equilibrio se purga a través de la válvula de la trampa de agua del lado del permeado (SV-101). La válvula de la trampa de agua (SV-101) se cierra, y la mayor parte del gas de descarga se dirige a través del lado del permeado del dispositivo de material poroso (PD-100); a través del condensador de proceso; a través del tramo de derivación del circuito de circulación; y sale de la válvula de descarga (AV-102). Una porción del gas de descarga en equilibrio fluye a través del compresor de diafragma (DP-100) a través del analizador de la composición de gases (O2-100) y se descarga a la atmósfera a través de la válvula de conmutación de cinco puertos (AV-104).

Etapas D. La válvula de descarga (AV-102) y la válvula de cierre del lado del permeado (AV-103) se cierran mientras la fuente de mezcla de gas de descarga en equilibrio (MG-100) permanece cargada en el lado de entrada del controlador de flujo másico (FC-100). El punto de ajuste del caudal de gas de descarga se mantiene. Se permite que la válvula de la trampa de agua (SV-101) circule durante un tiempo deseado y se apague durante un tiempo deseado para enviar pulsos de alta presión de gas de descarga en equilibrio dentro y fuera del lado del permeado del dispositivo de material poroso (PD-100). El propósito del pulso de presión es doble; i. para agitar los pliegues de material poroso y eliminar el agua libre y ii. para forzar el gas de descarga en equilibrio en los pliegues del material poroso del lado del permeado.

Etapas E. Una vez que el pulso de presión final de la serie se ha descargado a la atmósfera a través de la válvula de drenaje (SV-101), se abren la válvula de descarga (AV-102) y la válvula de cierre del lado del permeado (AV-103). La válvula de drenaje (SV-101) está cerrada. La mayor parte del gas de descarga se dirige a través del lado del permeado del dispositivo de material poroso (PD-100); a través del condensador de proceso; a través del tramo de proceso del circuito de circulación; y sale de la válvula de descarga (AV-102). Una porción del gas de descarga en equilibrio fluye a través del compresor de diafragma (DP-100) a través del analizador de la composición de gases (O2-100) y se descarga a la atmósfera a través de la válvula de conmutación de cinco puertos (AV-104). En este momento, un gas de alimentación procedente de la fuente (CA-100) se introduce a través de una válvula (AV-105); en el lado de la alimentación de la carcasa (EB-100); y a través de la válvula de control de flujo (MV-100) a la atmósfera. Un regulador electroneumático (I/P-101) se usa para controlar la presión absoluta (PT-101) en el lado de la alimentación de la carcasa de la muestra porosa húmeda (EB-100) a la relación de presión deseada. La válvula de control de flujo (MV-100) se ajusta al caudal de barrido del lado de la alimentación deseado para mantener constante la concentración de gas en el lado de la alimentación sobre la muestra porosa húmeda (PD-100).

Etapas F. La válvula de descarga (AV-102) y la válvula de cierre del lado del permeado (AV-103) están cerradas mientras que la fuente de mezcla de gas de descarga en equilibrio (MG-100) permanece cargada en el lado de entrada de un controlador de flujo másico (FC-100). El punto de ajuste del caudal de gas de descarga se mantiene. Se permite que la válvula de la trampa de agua (SV-101) circule durante un tiempo deseado, y se desconecta durante un tiempo deseado para enviar pulsos de alta presión de gas de descarga en equilibrio dentro y fuera del lado del permeado del dispositivo de material poroso (PD-100).

Etapa G. Una vez que el pulso de presión final de la serie se ha descargado a la atmósfera a través de la válvula de drenaje (SV-101), se abren la válvula de descarga (AV-102) y la válvula de cierre del lado del permeado (AV-103). La válvula de drenaje (SV-101) está cerrada. La mayor parte del gas de descarga se dirige a través del lado del permeado del dispositivo de material poroso (PD-100); a través del condensador de proceso; a través del tramo de proceso del circuito de circulación; y sale de la válvula de descarga (AV-102). Una porción del gas de descarga en equilibrio fluye a través del compresor de diafragma (DP-100); a través del analizador de la composición de gases (O2-100); y se descarga a la atmósfera a través del recorrido de descarga de la válvula de conmutación de cinco puertos (AV-104). Esta descarga se considera completa cuando la lectura en el analizador de la composición de gases (O2-100) es estable.

Etapa H. El flujo de gas de descarga en equilibrio se reduce a flujo cero usando la válvula de control (FC-100). Las válvulas del circuito del lado del permeado se ajustan para hacer circular el gas del lado del permeado a través del lado del permeado de la muestra de material poroso (PD-100) y el analizador de la composición del gas (O2-100) durante la prueba.

Etapa I. Al finalizar la prueba, el dispositivo (EB-100) se abre y el condensador de proceso se seca. El material poroso humectado (PD-100) puede eliminarse.

Las realizaciones adicionales de los Sistemas acelerados de prueba de la integridad de gases mezclados (GIT-100) de acuerdo con esta invención incluyen:

I. Un dispositivo para alojar una muestra de material poroso diseñado para manejar el flujo de fluido multifásico en el lado de la alimentación y el lado del permeado del material poroso en ambas orientaciones de flujo concurrente y en contracorriente en el que:

- a. el dispositivo está diseñado para orientarse verticalmente;
- b. las carreras principales del recorrido del flujo del colector están orientadas verticalmente;
- c. las carreras secundarias del recorrido de flujo del colector están orientadas a una inclinación tan cercana a la vertical como lo permitan las técnicas de mecanizado convencionales;
- d. la naturaleza vertical e inclinada de cada carrera estimula el flujo de líquido impulsado por la gravedad fuera del circuito de circulación y hacia una trampa de agua (PS-106) para permitir el flujo de gas sin restricciones a través del lado del permeado (PS) del dispositivo de material poroso (PD-100) durante la operación. Ver Figura 1,
- e. el dispositivo se compone de un ensamblaje superior estacionario. Ver Figura 1, (PS-102, PS-103, PS-105, PS-104 y PS108) y un ensamblaje de fondo móvil (PS106, PS-107, PS-109).
- f. el ensamblaje superior estacionario incluye una carcasa exterior (PS-108) que crea el recorrido de flujo de barrido del lado de la alimentación sobre un dispositivo de material poroso (PD-100) cuando se acopla a la carcasa del ensamblaje de fondo móvil (PS-109);
- g. el ensamblaje superior estacionario incluye un colector de flujo de cuatro partes (PS-102, PS-103, PS-104 y PS-105) utilizado para crear el circuito de recirculación del lado del permeado (PS) a través de una muestra de material poroso (PD-100) cuando se acopla al ensamblaje inferior móvil (PS-109).

II. Un método para el intercambio rápido y repetible del gas del lado del permeado inicial de composición arbitraria con un gas de composición a la concentración de equilibrio prevista para el dispositivo de material poroso que se está probando, o cerca de la concentración de equilibrio prevista para el dispositivo de material poroso que se está probando bajo condiciones de prueba seleccionadas que comprenden:

- a. una descarga de alta velocidad controlada por el tiempo de gas, de composición a la concentración de equilibrio prevista para el dispositivo de material poroso que se está probando, o cerca de la concentración de equilibrio prevista para el dispositivo de material poroso que se está probando bajo las condiciones de prueba seleccionadas, a través de la trampa de agua del lado del permeado (PS-106) (ver Figura 1);
- b. la descarga de alta velocidad controlada por el tiempo a través del circuito de recirculación del lado del permeado mientras pasa el transmisor de presión (ver Figura 2);
- c. una serie de pulsos de presión de gas de descarga a través del circuito de recirculación del lado del permeado a baja presión del lado de la alimentación, en ciclos rápidos, para suministrar gas de descarga dentro y fuera del lado del permeado del dispositivo de material poroso (PD-100). El propósito del pulso de presión es doble: (i) agitar los pliegues de material poroso y eliminar el agua libre y (ii) forzar el gas de descarga en equilibrio hacia la geometría compleja de los pliegues de material poroso del lado del permeado;
- d. la descarga de alta velocidad controlada por el tiempo a través del circuito de recirculación del lado del permeado sin eludir el transmisor de presión;
- e. una serie de pulsos de presión de gas de descarga a través del circuito de recirculación del lado del permeado a alta presión del lado de la alimentación, en ciclos rápidos, para suministrar gas de descarga dentro y fuera del lado del permeado del dispositivo de material poroso (PD-100). El propósito del pulso de presión es doble: i. agitar los pliegues de material poroso y eliminar el agua libre y ii. forzar el gas de descarga en equilibrio en la geometría compleja de los pliegues del material poroso del lado del permeado; y

f. una descarga de alta velocidad controlada por el tiempo final a través del circuito de recirculación del lado del permeado sin eludir el transmisor de presión.

III. Un sistema para el control repetible sobre la concentración de vapor de agua en el circuito de recirculación del lado del permeado (PS) que comprende, sin el uso de absorbente desecante, que es un sistema de control de vapor de agua que se sabe que tiene tasas de adsorción variables para diferentes especies de gas cuando se opera en condiciones no saturadas de no equilibrio:

- a. un enfriador de proceso (PCH-100), ver Figura 1, puede usarse para suministrar fluido a una temperatura de 0 °C a 25 °C al lado del fluido de transferencia de un intercambiador de calor de proceso dimensionado de modo que la temperatura del fluido del lado del permeado que sale del intercambiador de calor sea aproximadamente igual a la temperatura del fluido de transferencia que ingresa al intercambiador de calor;
- b. el fluido del lado del permeado (PS) que sale del intercambiador de calor puede recalentarse a temperatura ambiente a través de una longitud corta de la tubería de proceso; y
- c) solo se efectúan las concentraciones de especies condensadoras en esta operación unitaria.

En realizaciones adicionales de los métodos acelerados de prueba de gases binarios en el aire enseñados en la presente invención, la presión del gas puede aumentarse (por ejemplo, aumentarse lentamente en pequeños incrementos al medir el caudal y la concentración). Aunque en otras realizaciones de los métodos acelerados de prueba de gases binarios en el aire enseñados en la presente invención, la presión del gas puede reducirse (por ejemplo, disminuirse lentamente en pequeños incrementos al medir el caudal y la concentración).

La presión del gas puede aumentar o disminuir gradualmente. Los ejemplos no limitantes de los incrementos graduales de la presión del gas pueden estar entre 0,5 psi y 100 psi (3450-690.000 Pa); o entre 1 psi y 25 psi (6900-172.000 Pa); o preferiblemente entre 5 psi y 10 psi (34.500-69.000 Pa).

La presencia de un defecto que da como resultado una concentración de permeado que difiere del valor previsto para una capa o membrana integral puede no afectar negativamente el rendimiento de la membrana. La prueba acelerada de gases binarios en el aire permite cuantificar los defectos en términos de tamaño y población (número por unidad de área).

Sin embargo, los métodos acelerados de prueba de gases binarios en el aire enseñados en este documento indican que estos métodos de prueba pueden detectar un defecto en una muestra de material poroso que contribuye con un caudal de aire de 1,06 ml/min que es equivalente a un defecto de aproximadamente 5,5 µm de diámetro del modelo de flujo estrangulado. Esto demuestra claramente que los métodos acelerados de prueba de gases binarios en el aire que se muestran en este documento son mucho más sensibles para detectar un pequeño defecto que las pruebas de integridad de difusión de aire previamente conocidas.

Si bien los métodos acelerados de prueba de la integridad de gases binarios en el aire que se muestran en este documento usan dos gases en la mezcla de gases, se debe observar que se contempla el uso de más de dos gases y que el experto puede elegir una mezcla de tres o más gases. Las realizaciones específicas descritas en este documento se ofrecen solo a modo de ejemplo y no se pretende que sean limitantes de ninguna manera. Se pretende que la memoria descriptiva y los ejemplos se consideren solo como ejemplos, con el verdadero alcance y espíritu de la invención que se indican mediante las siguientes reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Un método para evaluar la integridad de un material poroso cargado en un dispositivo de material poroso que comprende

- a) cargar un material poroso humectado en un dispositivo que tiene una carcasa para recibir el material poroso humectado, dando como resultado un material poroso humectado que tiene un lado de la alimentación y un lado del permeado;
- b) introducir una mezcla de gas comprimido de dos o más componentes de gas al lado de la alimentación del material poroso humectado, en el que los gases de alimentación tienen permeabilidades diferentes en el líquido usado para humectar el material poroso de manera que uno de los gases permea a través del líquido del material poroso humectado más rápido que el otro gas o gases utilizados;
- c) cargar el lado del permeado del volumen de material poroso con una mezcla de gases que tiene la composición esperada de gas permeado generado a partir de una membrana integral;
- d) ventilar el exceso de gas permeado y mantener un flujo de barrido de gas del lado de la alimentación;
- e) evaluar la concentración de la mezcla de gases en el lado del permeado; y
- f) comparar la concentración evaluada del gas permeado con el valor esperado de un dispositivo integral, en el que una desviación de la concentración esperada por encima de la cantidad predeterminada es una señal para un material poroso o dispositivo de material poroso no integral.

2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el líquido en (a) es agua.

3. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que al menos uno de los gases es CO₂ u O₂.

4. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el material poroso comprende un material hidrófilo o un material hidrófobo.

5. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el material poroso comprende una membrana.

6. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el material poroso está contenido en una carcasa o un cartucho.

7. El método de acuerdo con de acuerdo con la reivindicación 5, en el que la membrana comprende un dispositivo de filtración.

8. El método de acuerdo con la reivindicación 5, en el que la membrana es una membrana asimétrica o una membrana simétrica.

9. El método de acuerdo con la reivindicación 7, en el que la membrana está compuesta de un polímero.

10. El método de acuerdo con la reivindicación 9, en el que el polímero es PES.

11. El método de acuerdo con la reivindicación 7, en el que la membrana es:

- a) una hoja plana en formatos de placa plana o enrollada en espiral; o
- b) una hoja plisada, en fibra hueca o formatos tubulares.

12. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el material poroso es una membrana que comprende más de 1 capa.

13. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el material poroso se selecciona entre poliéter sulfona, poliamida, nailon, celulosa, politetrafluoroetileno, polisulfona, poliéster, fluoruro de polivinilideno, polipropileno, poli (tetrafluoroetileno-co-perfluoro (alquil vinil éter)), policarbonato, polietileno, fibra de vidrio, policarbonato, cerámica y metales.

14. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que al menos uno de los gases es hexafluoroetano.

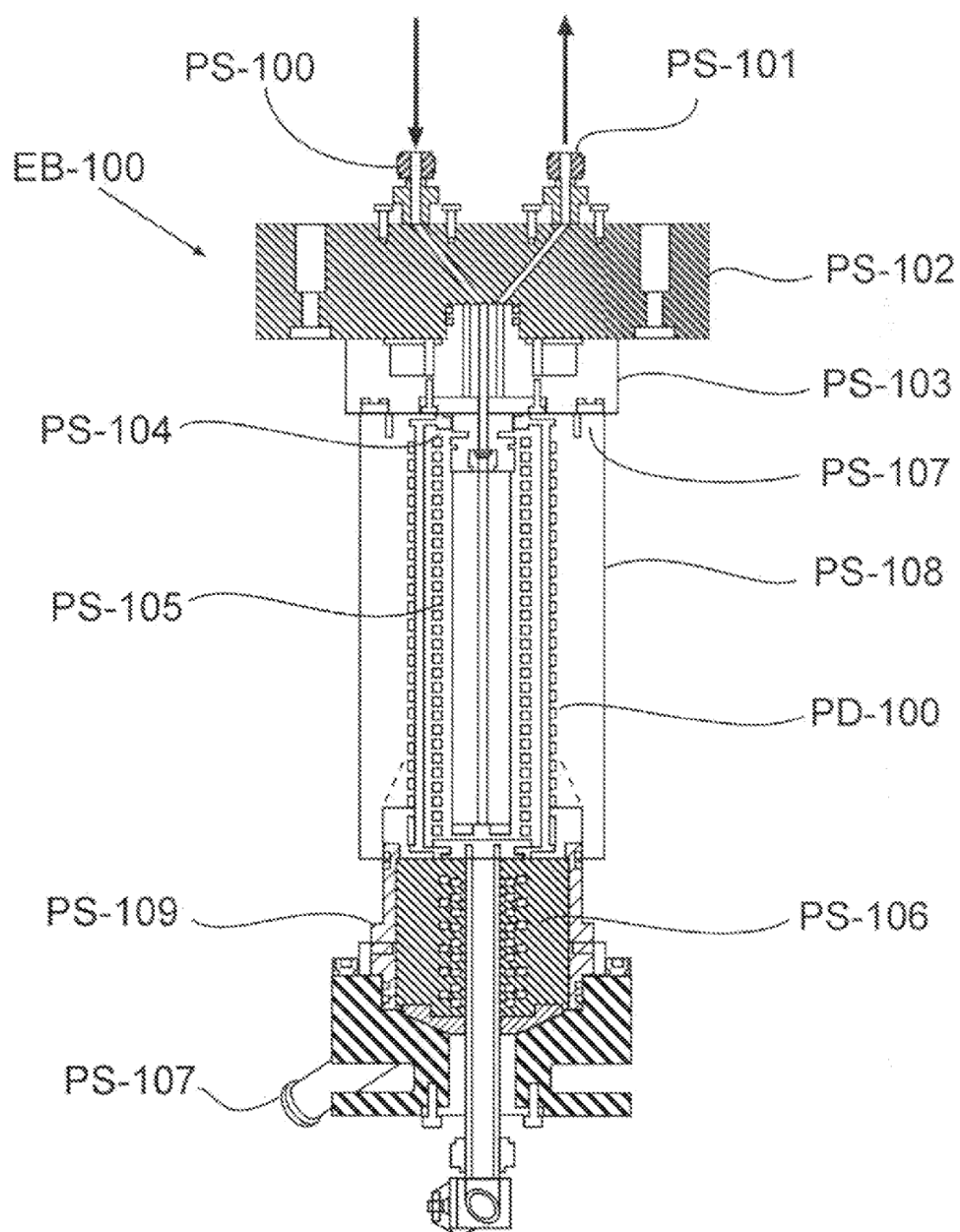


Figura 1

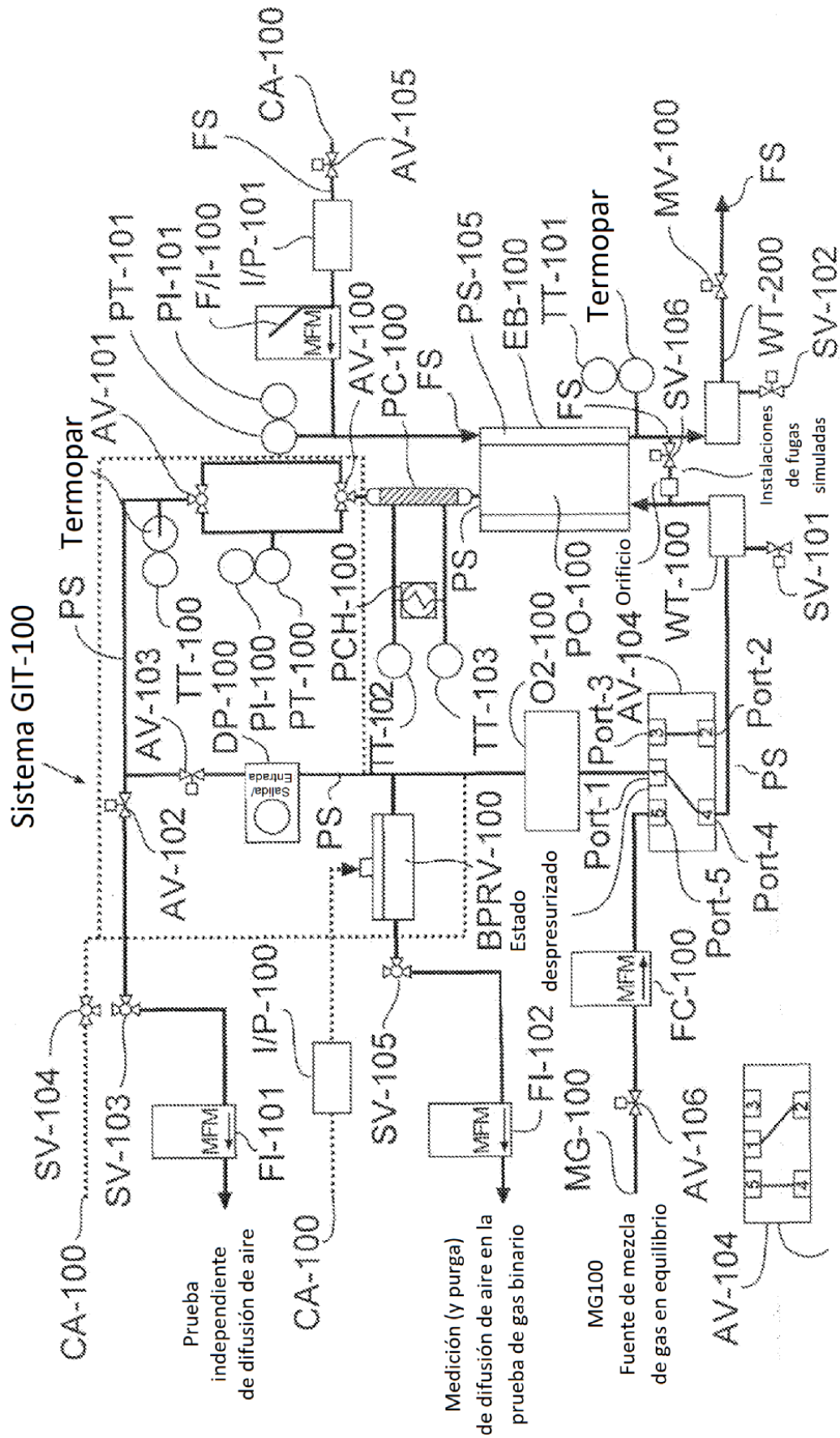


Figura 2

Estado presurizado

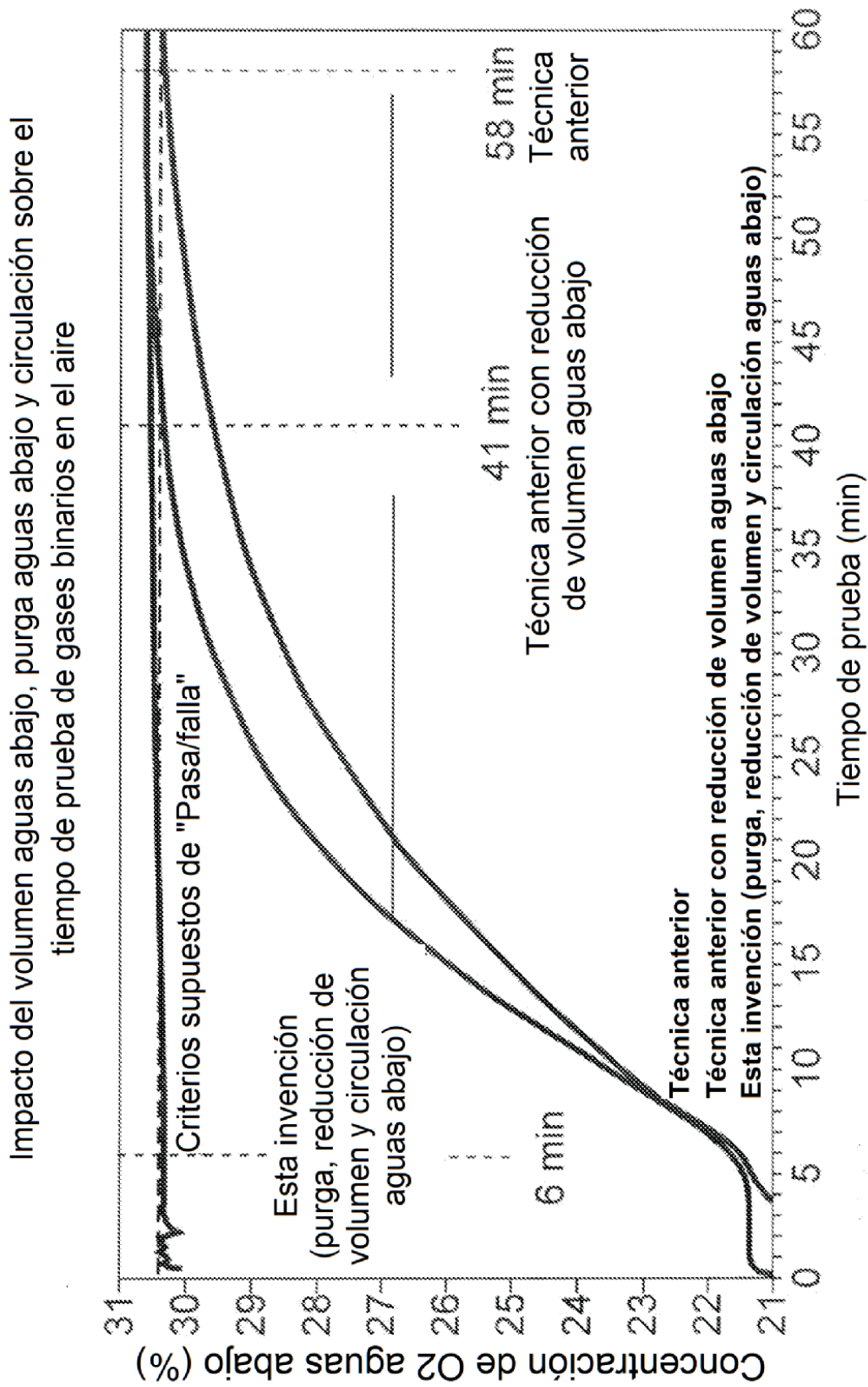


Figura 3

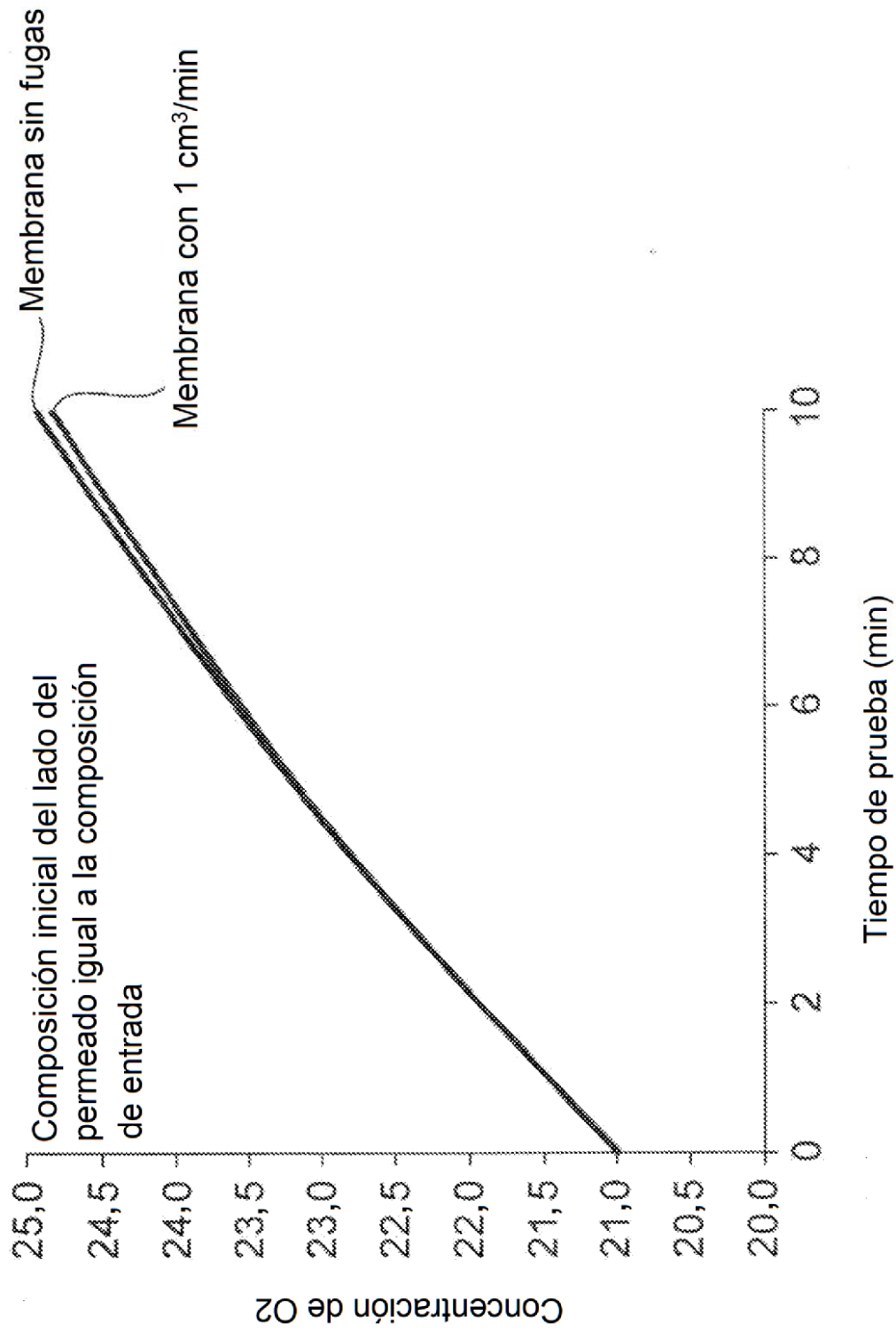


Figura 4A

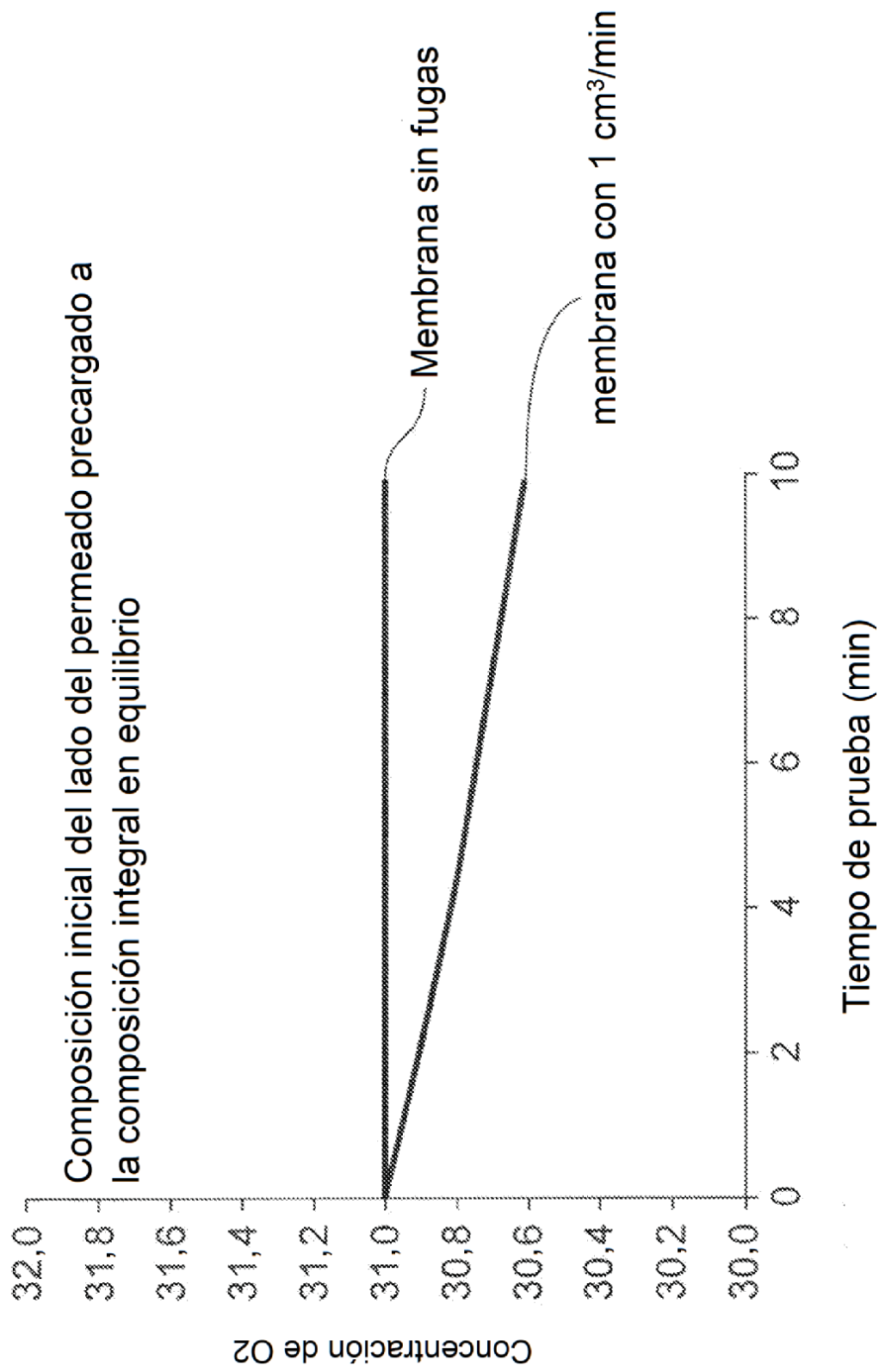


Figura 4B