



(51) МПК
B01D 61/14 (2006.01)
B01D 69/12 (2006.01)
B01D 69/10 (2006.01)
B01D 71/56 (2006.01)
B01D 71/68 (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: **2012108970/05**, **12.03.2012**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
12.03.2012

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **12.03.2012**

(45) Опубликовано: **20.09.2013** Бюл. № 26

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **CN 101352659 A**, **28.01.2009**. **US 2002063093 A1**, **30.05.2002**. **US 2003116498 A1**, **26.06.2003**. **US 6723422 B1**, **20.04.2004**. **US 2009050558 A1**, **26.02.2009**. **US 4259183 A**, **31.03.1981**. **RU 86888 U1**, **20.09.2009**. **UA 76636 C2**, **15.08.2006**. **RU 2129910 C1**, **10.05.1999**.

Адрес для переписки:

**600016, г.Владимир, ул. Большая
 Нижегородская, 77, В.Г. Дзюбенко**

(72) Автор(ы):

**Дзюбенко Вячеслав Геннадьевич (RU),
 Дубяга Владимир Павлович (RU),
 Шишова Ирина Ивановна (RU),
 Никитина Ирина Александровна (RU),
 Миронова Любовь Викторовна (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Закрытое акционерное общество "РМ
 Нанотех" (RU)**

(54) КОМПОЗИТНАЯ ПОЛИМЕРНАЯ МЕМБРАНА ДЛЯ НАНОФИЛЬТРАЦИИ И СПОСОБ ЕЕ ПОЛУЧЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к мембранной технологии и может найти широкое применение для очистки и разделения воды и водных растворов в пищевой, фармацевтической и других отраслях промышленности, при опреснении морской воды, биотехнологии, при создании особо чистых растворов. Композитная полимерная мембрана содержит подложку из нетканого материала, нанесенный на ее поверхность ультрафильтрационный слой из полисульфона или полиэфирсульфона и покрывающий ультратонкий селективный слой из полипиперазинамида при соотношении их толщин соответственно (64,3-66,66):(32,36-35,98):(0,98-1,02). Способ получения мембраны включает нанесение ультрафильтрационного слоя из полисульфона или полиэфирсульфона на поверхность нетканой подложки межфазной

поликонденсацией, нанесение ультратонкого полимерного селективного слоя из полипиперазинамида на поверхность ультрафильтрационного слоя обработкой при 18-25°C сначала водным раствором пиперазина в течение 6-10 мин, затем 0,15-0,6%-ным раствором ацилхлоридного агента в органическом растворителе в течение 6-10 мин и сушку при 25-40°C. Ацилхлоридный агент представляет собой смесь тримезоилхлорида и изофталоилхлорида, взятых в соотношении (масс.ч.): 1:1, с концентрацией раствора 0,15-0,6%. Водный раствор пиперазина может дополнительно содержать поверхностно-активное вещество - смесь натриевых солей алкилсульфоновых кислот с длиной цепи алкильного радикала C₁₁-C₁₈ в количестве 3,75-6,0 масс.ч. на 100 масс.ч. пиперазина. 2 н. и 1 з.п. ф-лы, 1 табл., 5 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.

B01D 61/14 (2006.01)*B01D 69/12* (2006.01)*B01D 69/10* (2006.01)*B01D 71/56* (2006.01)*B01D 71/68* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2012108970/05, 12.03.2012**(24) Effective date for property rights:
12.03.2012

Priority:

(22) Date of filing: **12.03.2012**(45) Date of publication: **20.09.2013 Bull. 26**

Mail address:

**600016, g.Vladimir, ul. Bol'shaja
Nizhegorodskaja, 77, V.G. Dzjubenko**

(72) Inventor(s):

**Dzjubenko Vjacheslav Gennad'evich (RU),
Dubjaga Vladimir Pavlovich (RU),
Shishova Irina Ivanovna (RU),
Nikitina Irina Aleksandrovna (RU),
Mironova Ljubov' Viktorovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Zakrytoe aktsionernoe obshchestvo "RM
Nanotekh" (RU)****(54) COMPOSITE POLYMER MEMBRANE FOR NANOFILTRATION AND METHOD OF ITS PRODUCTION**

(57) Abstract:

FIELD: process engineering.

SUBSTANCE: invention relates to membrane technology and can be widely used for purification and separation of water and aqueous solutions in food, pharmaceutical and other industries, in sea water desalination, biotechnology and making super purified solutions. Composite polymer comprises substrate from nonwoven material, ultra filtration layer of polysulfone or polyethersulfone and covering ultrafine selective layer of polypiperazine amide applicer thereon at the relationship between their thicknesses making (64.3-66.66):(32.36-35.98):(0.98-1.02), respectively. Proposed method comprises application of ultra filtration layer of polysulfone or polyethersulfone on nonwoven substrate surface by

interphase polycondensation, application of ultrafine layer of polypiperazine amide on ultra filtration layer surface at 18-25°C, first, by aqueous solution of piperazine for 6-10 min, then, by 0.15-0.6%-solution of acylchloride agent in organic solvent for 6-10 min and drying at 25-40°C. Acylchloride agent represents the mix of tri-mesoilchloride and isophthaloilchloride taken in the following ratio in wt %: 1:1 and at solution concentration of 0.15-0.6%. Aqueous solution of piperazine may additionally contain a surfactant, that is, the mix of sodium salts of alkylsulfonic acids with alkyl radial chain length C₁₁-C₁₈ in amount of 3.75-6.0 wt % per 100 wt %.

EFFECT: higher efficiency and separation.
3 cl, 1 tbl, 5 ex

Изобретение относится к мембранной технологии и может найти широкое применение для очистки и разделения воды и водных растворов, преимущественно неорганических, в пищевой, фармацевтической и других отраслях промышленности, при опреснении морской воды, биотехнологии, при создании особо чистых растворов.

Композиционные (композитные, составные) мембраны - это полупроницаемые мембраны, состоящие из двух или более слоев материалов с различающимися свойствами, изготавливаемых отдельно. Композиционная мембрана, как правило, представляет собой ультратонкий селективный слой одного вещества, расположенный на пористом (опорном) слое другого вещества (понятие « ультратонкий слой» впервые было введено в патенте США №3551244, опубл. 1970 г., и составляло в соответствии с описанием изобретения 0,05-5,0 мкм). Сегодня будущее мембранной технологии связывают с развитием композитных мембран, количество которых уже сейчас очень велико: в частности, защищенные патентами США №№4619767 (опубл. 1986 г.), 6280853 (опубл. 2001 г.), 6132804 (опубл. 2000 г.), 6536605 (опубл. в 2003 г.), 6878278 (опубл. в 2005 г.).

Преимущество композитных мембран заключается в следующем:

- селективный слой и пористую подложку с ультрафильтрационным слоем получают из различных материалов, что определяет широкий выбор вариантов полимеров;
- получение слоев отдельно облегчает формирование оптимальной внутренней структуры каждого слоя;
- сочетание высоких массообменных характеристик селективного слоя с высокими физико-механическими свойствами подложки резко повышает технологические параметры мембран и расширяет область их применения;
- малый расход дорогих и дефицитных материалов на формирование селективного слоя снижает стоимость мембраны.

В качестве пористых подложек для композитных мембран используют ткани, бумаги, нетканые слои из природных и синтетических волокон, пористые пленки и волокна из пластмасс, пористые изделия из металлов, стекла, керамики, уже готовые различные микрофильтрационные и ультрафильтрационные мембраны.

С целью улучшения растекания, которое определяет толщину пленки, в раствор вводят добавки - спирты, кетоны, амины, кислоты, фенол, анилин, перекиси и их смеси. Концентрация их может быть до 15%, они влияют на вязкость раствора, служат также буфером между полимером и водой, имея сродство к обеим сторонам. В принципе все добавки должны иметь поверхностно-активные свойства.

Одним из наиболее перспективных методов получения композитных мембран является метод межфазной поликонденсации.

Сущность указанного метода заключается в следующем. На пористую подложку наносят раствор мономера или олигомера, в мономерных звеньях которых имеются две и более функциональные группы. Затем образованный слой обрабатывают реагентом, который растворен в другом растворителе, не смешивающемся с первым. Реагент является инициатором реакции сшивки как молекул растворенного вещества между собой, так и с полимером подложки. В процессе такой межфазной поликонденсации образуется нерастворимая пленка, которая и является селективной в композиционной мембране.

Толщину селективного слоя легко регулировать как концентрацией раствора, так и определенными технологическими приемами: в производственных условиях его толщина, как правило, составляет 0,1-1 мкм. Благодаря объемной сшивке получаемая

композиционная мембрана приобретает высокую химическую и термическую стойкость.

Как правило, одним из растворителей при межфазной поликонденсации является вода. В ней хорошо растворяются низкомолекулярные продукты. Другим
5 растворителем обычно бывает органический растворитель.

В качестве водорастворимого мономера чаще всего выбирают амины, содержащие не менее двух аминогрупп (этилендиамин, диаминоциклогексан, фенилендиамин, гидразин). Это объясняется хорошей устойчивостью полиаминов к действию
10 окислителей, хлора, микрофлоры, а также гибкостью получаемой полиаминовой пленки. Множество работ, известных из существующего уровня техники, описывают добавление в раствор аминов модификаторов, которые способствуют интенсификации межфазного переноса, формируют заданную пористую структуру и т.п.

Второй компонент, называемый сшивающий агент, - это реакционные по
15 отношению к аминогруппам органические соединения: ангидриды, хлорангидриды и пр.

В современных условиях получения очищенной питьевой воды с использованием мембранных технологий, предусматривающих во многих ситуациях применение так
20 называемых методов «доочистки», безусловно, на первый план выходит проблема производительности используемых мембран. Использование композитных полимерных мембран, содержащих ультратонкий селективный и ультрафильтрационный слои, дает возможность создания высокотехнологичных процессов, сочетающих качество получаемой воды (за счет применения селективного
25 слоя) и высокую производительность (за счет применения ультрафильтрационного слоя). Однако в этом случае возникает проблема соотношения селективного и ультрафильтрационного слоев в конструкции композитной мембраны.

Известна композитная мембрана для обратного осмоса, предназначенная для
30 опреснения морской воды, получения сверхчистой воды и т.п., техническим результатом при применении которой является повышение ее химической стойкости и стойкости к уплотнению (Заявка Японии 3-232523, опубл. в 1991 г.). Известная композитная мембрана включает подложку, состоящую из пористого (ультрафильтрационного), нанесенного на поверхность подложки, и селективного
35 слоев. Селективный слой выполнен из полимера, полученного методом сложнополиэфирной сополимеризации с использованием ароматических или алифатических диаминов, в том числе, пиперазина. Заявитель указывает, что соотношение толщин пористой подложки и селективного слоя не ограничена, при
40 частном случае реализации толщина пористой подложки может составлять порядка 300 мкм; толщина селективного слоя составляет 0,01-50 мкм. Способ получения вышеуказанной композитной полимерной мембраны заключается в приготовлении раствора, содержащего сополиамид, его растворитель, его
45 нерастворитель, соль металла, равномерном нанесении полученного раствора на пористую подложку, покрытую полисульфоном или полиэфирсульфоном, или ее пропитке, сушке в течение 10 минут, погружении в воду с температурой помещения на 2 часа, последующем погружении в воду с температурой 80°C на 20 минут.

Известная композитная мембрана обладает высокими показателями стойкости к
50 уплотнению, но имеет недостаточно высокие показатели производительности и селективности по отношению к различного рода солям (оценивали по степени удаления хлорида натрия): соответственно 126,3-370,1 л/3 мин и 96,5-98,4% масс при давлении 55 атм и концентрации водного раствора хлорида натрия 3,5 г/л.

Наиболее близким техническим решением к заявляемому является композитная мембрана для разделения водных растворов (преимущественно - обессоливания) по патенту Китая №101352659 «Полипиперазинамидная нанофильтрационная мембрана и способ ее получения» (опубл. в 2009 г.), техническим результатом при применении которой является увеличение производительности по воде и селективности, особенно в отношении одно- и двухвалентных ионов. В соответствии с решением прототипа композитная полимерная мембрана состоит из полисульфонового несущего (опорного) и полипиперазинамидного селективного слоев (в соответствии с существующим уровнем техники опорный слой представляет собой нетканый материал, пропитанный полимером - в данном случае полисульфоном). В соответствии с решением прототипа способ получения полипиперазинамидной нанофильтрационной мембраны осуществляют путем межфазной поликонденсации органического раствора бутирилхлорида с бифенильной структурой или его смесей и водного раствора пиперазина на полисульфоном несущем слое ультрафильтрационной мембраны следующим образом. Водный раствор пиперазина концентрацией 0,1-4% наносят поливом на поверхность полисульфоновой мембраны, формируют покрытие на ее поверхности в течение 1-5 минут, удаляют избыточный раствор пиперазина, просушивают получаемую мембрану на воздухе, после чего на поверхность полученного покрытия наносят поливом раствор ароматического мультиацилхлорида с бифенильной структурой концентрацией 0,05-0,5%, выдерживают в интервале от 10 секунд до 5 минут и затем проводят сушку в две стадии: вначале при 40-90°C в течение 3-9 минут с последующей промывкой в водном растворе этанола и воды и затем при 80-110°C в течение 3-9 минут. Нанофильтрационная мембрана, полученная вышеуказанным способом, имеет производительность по воде порядка 60 л/м²ч, степень обессоливания порядка 98% по двухвалентному иону и степень обессоливания порядка 60-70% по одновалентному иону при рабочем давлении 0,5 МПа. Недостатком композитной полимерной мембраны по прототипу является недостаточно высокие эксплуатационные показатели вышеуказанной композитной полимерной мембраны, а именно производительность и селективность. Причиной, препятствующей достижению заявленного ниже технического результата, является отсутствие заданных характеристик, определяющих структуру композитной полимерной мембраны, а именно, соотношение толщин ее слоев. Кроме того, заявленный способ характеризуется высокой продолжительностью, необходимостью применения большого количества органических растворителей на стадии промывки и высоких температур сушки.

Суть изобретения заключается в следующем.

Технической задачей, на решение которой направлено заявляемое изобретение, является создание композитной полимерной мембраны, сочетающей наилучшие технологические показатели, а именно, производительность и селективность. Поставленная техническая задача включает в себя частную задачу - разработку последовательности стадий и режимов их осуществления при получении композитной полимерной мембраны.

Техническим результатом заявляемого изобретения является повышение производительности и селективности композитной полимерной мембраны для нанофильтрации.

Заявленный технический результат достигается за счет включения в состав композитной полимерной мембраны, из подложки, выполненной из нетканого

материала, нанесенного на ее поверхность ультрафильтрационного слоя из полисульфона или полиэфирсульфона, и покрывающего ультрафильтрационный слой ультратонкого полимерного селективного слоя из полипиперазинамида, при этом соотношение толщин подложки, ультрафильтрационного и ультратонкого полимерного селективного слоя составляет соответственно (64,3-66,66):(32,36-35,98): (0,98-1,02).

Способ получения композитной полимерной мембраны включает нанесение ультрафильтрационного слоя из полусульфона или полиэфирсульфона на поверхность пористой подложки, представляющей собой нетканый материал, формование методом межфазной поликонденсации ультратонкого полимерного селективного слоя из полипиперазинамида на поверхности ультрафильтрационного слоя путем обработки ультрафильтрационного слоя водным раствором пиперазина и раствором смеси ацилхлоридных агентов в среде органического растворителя при продолжительности обработки водным раствором пиперазина 6-10 минут и продолжительности обработки раствором ацилхлоридного агента 6-10 минут, при этом ацилхлоридный агент представляет собой смесь тримезоилхлорида и изофталоилхлорида, взятых в соотношении (масс.ч.): 1:1, с концентрацией 0,15-0,6%, обработку осуществляют при температуре 18-25°C, после чего осуществляют сушку при температуре 25-40°C.

При частном случае реализации изобретения водный раствор пиперазина дополнительно содержит поверхностно-активное вещество, представляющее смесь натриевых солей алкилсульфоновых кислот с длиной цепи алкильного радикала C₁₁-C₁₈ в количестве 3.75-6.0 масс.ч на 100 масс.ч. пиперазина.

Дополнительные исследования, проведенные заявителем, показали, что эксплуатационные свойства композитных мембран, состоящих из различных комбинаций фильтрующих материалов, определяются не только составом и сочетанием образующих их полимеров, технологией формования функциональных слоев, а также их структурой, в частности, толщиной. Применение в соответствии с заявленным способом реагентов для осуществления реакции межфазной поликонденсации на поверхности ультрафильтрационного слоя, в частности, вида и концентрации ацилхлоридных агентов в сочетании с заявленными технологическими приемами (продолжительность стадий межфазной поликонденсации, временные и температурные режимы) позволяет достигнуть необходимого растекания полимерного состава на поверхности ультрафильтрационного слоя, и как следствие - заданных соотношений толщин подложки, ультрафильтрационного и ультратонкого полимерного селективного слоев и соответственно улучшенных эксплуатационных свойств композитной полимерной мембраны для нанофильтрации.

Способ получения композитной полимерной мембраны осуществляют следующим образом.

В соответствии с общепринятой технологией на нетканый материал наносят слой полисульфона или полиэфирсульфона, формуя таким образом ультрафильтрационный слой. Поверхность полученного ультрафильтрационного слоя последовательно обрабатывают водным раствором пиперазина концентрацией 1-5% в течение 6-10 минут, затем раствором смеси тримезоилхлорида и изофталоилхлорида, взятых в соотношении (масс.ч.): 1:1, в среде органического растворителя концентрацией 0,15-0,6% в течение 6-10 минут: обработку осуществляют при температуре помещения, т.е. при 18-25°C. После формования ультратонкого полимерного селективного слоя осуществляют сушку полученной композитной полимерной мембраны при температуре 25-40°C в течение 8-15 мин.

Полученная таким образом композитная полимерная мембрана для нанофильтрации представляет собой соединенную посредством адгезионных связей слоистую структуру, состоящую из подложки, выполненной из нетканого материала, нанесенного на ее поверхность ультрафильтрационного слоя из полисульфона или полиэфирсульфона, и покрывающего ультрафильтрационный слой ультратонкого полимерного селективного слоя из полипиперазинамида. при этом соотношение толщин подложки, ультрафильтрационного и ультратонкого полимерного селективного слоя составляет соответственно (64,3-66,66):(32,36-35,98):(0,98-1,02).

Контроль за толщинами подложки, ультрафильтрационного и ультратонкого полимерного селективного слоев осуществляли инструментальными методами при помощи микрометра и настольного сканирующего электронного микроскопа Phenom G2.

Преимущества заявленного изобретения и достижение технического результата заявляемого изобретения оценивались путем сравнения с решением прототипа следующих показателей: производительности по фильтрату, селективности по одно- и двухвалентным анионам (на примере водных растворов хлорида натрия и сульфата магния), а также катиону (на примере водного раствора хлорида кальция). Оценка эксплуатационных показателей полученной композитной полимерной мембраны проводилась в условиях испытательного стенда, описанного в монографии «Полимерные мембраны» авт. В.П. Дубяга, Е.Е. Каталевский, Л.П. Перепечкин (М., «Химия», 1981 г., сс 57-58): рабочее давление составляло 0,5 МПа, температура 25°C, концентрация испытуемых водных растворов солей - 0,05%.

Для осуществления изобретения могут быть использованы следующие вещества и материалы:

В качестве материала подложки: нетканые материалы на основе полиолефинов различной толщины, в частности, нетканое полотно из полипропилена толщиной ПО мкм, а также нетканые материалы на основе полиэфиров толщиной 70, 90, 100 мкм.

В качестве материала ультрафильтрационного слоя: полисульфон или полиэфирсульфон, в частности, выпускаемые под торговой маркой Ultrason 601 OS и Ultrason 6020 (производство фирмы BASF).

Вода, дистиллированная или очищенная методом обратного осмоса.

Пиперазин.

Ацилхлоридные агенты: тримезоилхлорид, изофталоилхлорид.

Органический растворитель: гексан, гептан, Изопар.

Поверхностно-активное вещество: смесь натриевых солей алкилсульфоновых кислот с длиной цепи алкильного радикала C_{11} - C_{18} .

Конкретная реализация заявляемого изобретения иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1. В соответствии с вышеописанным способом получали композитную полимерную мембрану, используя нетканый материал на основе полиэфирного волокна толщиной 100 мкм. Технологические показатели способа при обработке ультрафильтрационного слоя: концентрация водного раствора пиперазина - 1%; концентрация смеси ацилхлоридных агентов 0,15%, в качестве органического растворителя применяли Изопар; водный раствор пиперазина дополнительно содержит ПАВ - алкилсульфонат натрия в количестве 5 масс.ч. на 100 масс.ч. пиперазина, продолжительность обработки водным раствором пиперазина - 8 минут, продолжительность обработки раствором ацилхлоридного агента - 8 минут, температура получения ультратонкого полимерного селективного слоя - 18-25°C;

сушку осуществляли при 25°C, продолжительность сушки - 15 мин.

Получали композитную полимерную мембрану с соотношением толщин подложки, ультрафильтрационного и ультратонкого селективного слоев соответственно 66,66: 32,36: 0,98.

5 Эксплуатационные значения полученной композитной полимерной мембраны для нанофильтрации приведены в таблице.

10 Пример 2. В соответствии с вышеописанным способом получали композитную полимерную мембрану, используя нетканый материал на основе полиэфирного волокна толщиной 70 мкм. Технологические показатели способа при обработке ультрафильтрационного слоя: концентрация водного раствора пиперазина - 2,5%; концентрация смеси ацилхлоридных агентов 0,3%, в качестве органического растворителя применяли гептан; продолжительность обработки водным раствором пиперазина - 6 минут, продолжительность обработки раствором ацилхлоридного 15 агента - 10 минут, температура получения ультратонкого полимерного селективного слоя - 20°C; сушку осуществляли при 30°C, продолжительность сушки - 10 мин.

20 Получали композитную полимерную мембрану с соотношением толщин подложки, ультрафильтрационного и ультратонкого селективного слоев соответственно 64,62: 35,98:1,02.

25 Пример 3. В соответствии с вышеописанным способом получали композитную полимерную мембрану, используя нетканый материал на основе полиэфирного волокна толщиной 90 мкм. Технологические показатели способа при обработке ультрафильтрационного слоя: концентрация водного раствора пиперазина - 5%; концентрация смеси ацилхлоридных агентов 0,6%, в качестве органического растворителя применяли гептан; продолжительность обработки водным раствором пиперазина составляет 10 минут, продолжительность обработки раствором ацилхлоридного агента составляет 6 минут, температура получения ультратонкого 30 полимерного селективного слоя - 18°C сушку осуществляли при 40°C, продолжительность сушки - 8 мин.

Получали композитную полимерную мембрану с соотношением толщин подложки, ультрафильтрационного и ультратонкого селективного слоев соответственно 64,3: 34,72:0,98.

35 Пример 4. В соответствии с вышеописанным способом получали композитную полимерную мембрану, используя нетканый материал на основе полипропиленового волокна толщиной 110 мкм. Технологические показатели способа при обработке ультрафильтрационного слоя: концентрация водного раствора пиперазина - 1%; концентрация смеси ацилхлоридных агентов 0,15%, в качестве органического 40 растворителя применяли гептан; продолжительность обработки водным раствором пиперазина составляет 7 минут, продолжительность обработки раствором ацилхлоридного агента - 9 минут, температура получения ультратонкого полимерного селективного слоя - 25°C сушку осуществляли при 25°C, 45 продолжительность сушки - 15 мин.

Получали композитную полимерную мембрану с соотношением толщин подложки, ультрафильтрационного и ультратонкого селективного слоев соответственно 65,47: 33,53:1,00.

50 Пример 5. В соответствии с решением прототипа получали композитную полимерную мембрану путем нанесения водного раствора пиперазина концентрацией 1% на поверхность на поверхность слоя полисульфоновой мембраны, выдерживали в течение 3 минут, затем удаляли избыточный раствор, сушили на

воздухе, после чего обрабатывали раствором 3,5,5-бифенилтетраацилхлорида в Изопаре концентрацией 0,2% и проводили реакцию межфазной полимеризации в течение 1,5 минут; в завершение проводили двустадийную отмывку и двустадийную термообработку соответственно в течение 5 минут при 80°C и в течение 5 минут при 100°C.

Таблица						
Пример	Производительность по фильтрату, л/м ² час			Селективность, % масс.		
	NaCl	MgSO ₄	CaCl ₂	NaCl	MgSO ₄	CaCl ₂
1	84	62	48,5	78	98,9	96,8
2	66	56	42,5	76	98,7	96
3	68	55	43	77	98,8	96,2
4	83	60	45	73	98,6	93,5
5 (сравнительный)	55,2	53,4	36	66,3	98	90,5

Библиографические данные

1. Патент США 4619767 (опубл. в 1986 г.).
2. Патент США 6132804 (опубл. в 2000 г.).
3. Патент США 6280853 (опубл. 2001 г.).
4. Патент США 6536605 (опубл. в 2003 г.).
5. Патент США 6878278 (опул. в 2005 г.).
6. Заявка Японии №3-323523 (опубл. 1991 г.).
7. Заявка Китая №101352659 (опубл. 2009 г.) - прототип.
8. «Полимерные мембраны» авт. В.П.Дубяга, Е.Е. Каталевский, Л.П. Перепечкин (М., «Химия», 1981 г., с.57-58).

Формула изобретения

1. Композитная полимерная мембрана для нанофильтрации, состоящая из подложки, выполненной из нетканого материала, нанесенного на ее поверхность ультрафильтрационного слоя из полисульфона или полиэфирсульфона, и покрывающего ультрафильтрационный слой ультратонкого полимерного селективного слоя из полипиперазинамида, отличающаяся тем, что соотношение толщин подложки, ультрафильтрационного и ультратонкого полимерного селективного слоя составляет соответственно (64,3-66,66):(32,36-35,98):(0,98-1,02).

2. Способ получения композитной полимерной мембраны по п.1, включающий нанесение ультрафильтрационного слоя из полисульфона или полиэфирсульфона на поверхность пористой подложки, представляющей собой нетканый материал, формование методом межфазной поликонденсации ультратонкого полимерного селективного слоя из полипиперазинамида на поверхности ультрафильтрационного слоя путем обработки водным раствором пиперазина, затем раствором ацилхлоридного агента в среде органического растворителя и сушки, отличающийся тем, что продолжительность обработки водным раствором пиперазина составляет 6-10 мин, продолжительность обработки раствором ацилхлоридного агента составляет 6-10 мин, при этом ацилхлоридный агент представляет собой смесь тримезоилхлорида и изофталоилхлорида, взятых в соотношении (мас.ч.): 1:1, с концентрацией раствора 0,15-0,6%, обработку осуществляют при температуре 18-25°C, а сушку при температуре 25-40°C.

3. Способ по п.2, отличающийся тем, что водный раствор пиперазина

дополнительно содержит поверхностно-активное вещество, представляющее смесь натриевых солей алкилсульфоновых кислот с длиной цепи алкильного радикала C₁₁-C₁₈ в количестве 3,75-6,0 мас.ч. на 100 мас.ч. пиперазина.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50