

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 811 675**

21 Número de solicitud: 202090065

51 Int. Cl.:

**B01D 61/02** (2006.01)  
**B01D 65/08** (2006.01)  
**B01D 69/10** (2006.01)  
**B01D 69/12** (2006.01)  
**B01D 71/56** (2006.01)  
**B01D 71/82** (2006.01)  
**C02F 1/44** (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A2

22 Fecha de presentación:

**31.07.2019**

30 Prioridad:

**31.07.2018 KR 20180089091**

43 Fecha de publicación de la solicitud:

**12.03.2021**

71 Solicitantes:

**TORAY ADVANCED MATERIALS KOREA INC.**  
**(100.0%)**  
**(Imsu-dong) 300, 3gongdan 2-ro, Gumi-si,**  
**39389 Gyeongsangbuk-do KR**

72 Inventor/es:

**LEE, Jong Min**

74 Agente/Representante:

**GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo**

54 Título: **Membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones, procedimiento de fabricación de la misma y módulo de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones que la incluye**

57 Resumen:

Membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones, procedimiento de fabricación de la misma y módulo de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones que la incluye.

La presente invención se refiere a una membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones, un procedimiento de fabricación de la misma y un módulo de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones que la incluye, y más específicamente, una membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones, que tiene excelentes propiedades antiincrustantes contra materiales incrustantes tales como sustancias orgánicas, sustancias inorgánicas y similares, un rendimiento antimicrobiano contra microorganismos y similares, un flujo, una tasa de eliminación de sal y la retención de las propiedades antiincrustantes y el rendimiento antimicrobiano, un procedimiento de fabricación de los mismos y un módulo de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones que la incluye.

ES 2 811 675 A2

## DESCRIPCIÓN

5 Membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones, procedimiento de fabricación de la misma y módulo de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones que la incluye

### Referencia cruzada a la solicitud relacionada

10 La presente solicitud reivindica la prioridad y el beneficio de la solicitud de patente coreana Nº 10-2018-0089091, presentada el 31 de julio de 2018, cuya divulgación se incorpora aquí por referencia en su totalidad.

### Antecedentes

#### 15 1. Campo de la invención

La presente invención se refiere a una membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones, un procedimiento de fabricación de la misma y un módulo de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones que la incluye, y más específicamente, a una  
20 membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones que tiene excelentes propiedades antiincrustantes frente a materiales incrustantes tales como sustancias orgánicas, sustancias inorgánicas y similares, un rendimiento antimicrobiano contra microorganismos y similares, un flujo, una tasa de eliminación de sal y la retención de las propiedades antiincrustantes y el rendimiento antimicrobiano, un procedimiento de  
25 fabricación de los mismos y un módulo de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones que lo incluye.

#### 2. Discusión sobre la técnica relacionada

30 Las membranas de ósmosis inversa se usan generalmente para separar sustancias disociadas de una solución. Convencionalmente, las membranas de ósmosis inversa se han usado en el proceso de desalinización de agua salada (salobre) o de agua de mar, y el proceso de desalinización proporciona agua dulce o agua pura apta para usos doméstico, agrícola e industrial. El proceso de desalinización que usa la membrana de ósmosis  
35 es un proceso de filtrado de iones o moléculas disueltas de una solución mediante la presurización del agua salada, y solo el agua pasa a través de la membrana de ósmosis

inversa por presurización. Existen varias condiciones para el uso comercial del proceso de desalinización usando la membrana de ósmosis inversa, y una alta tasa de rechazo de la sal es una condición importante. Para ser usadas comercialmente, las típicas membranas de ósmosis inversa deben tener una tasa de rechazo de sal del 97 % o más.

5

Sin embargo, el tipo general de membrana de ósmosis inversa es una membrana compuesta que consta de una capa de soporte microporosa formada por la aplicación de un polímero hidrófobo sobre una tela no tejida de poliéster y una capa de poliamida formada sobre la capa de soporte microporosa, y es común que la capa de poliamida se forme por polimerización interfacial de una solución acuosa de amina multifuncional y una solución orgánica de haluro de ácido multifuncional. La capa de apoyo microporosa sirve de soporte a la membrana de ósmosis inversa y tiene características de alto flujo, y el rendimiento de la separación de sales está determinado por la capa de poliamida.

10

15

En este caso, para poder ser utilizada en uso comercial de gran capacidad, la membrana de ósmosis inversa debe incluir una capa de poliamida con una alta tasa de rechazo de sales y permitir se filtre que una gran cantidad de agua, incluso a presiones relativamente bajas. En consecuencia, se han realizado investigaciones sobre una membrana de ósmosis inversa centradas en el logro de una alta tasa de eliminación de sales y, además, continúan los estudios sobre el aumento del flujo y la mejora de la resistencia química.

20

Como se ha descrito anteriormente, se han hecho varios intentos de mejorar el rendimiento de la membrana de ósmosis inversa de poliamida, y se ha propuesto una membrana de ósmosis inversa que presenta una alta resistencia química y un excelente rendimiento de separación y de permeación, pero, entre las propiedades físicas de la membrana, siguen sin resolverse las relacionadas con el ensuciamiento de la membrana.

25

Por lo tanto, existe una necesidad urgente de desarrollar una membrana de separación que tenga excelentes propiedades antiincrustantes contra materiales incrustantes tales como sustancias orgánicas, inorgánicas y similares, un rendimiento antimicrobiano contra microorganismos y similares, un flujo, una tasa de eliminación de sal y la retención de las propiedades antiincrustantes y el rendimiento antimicrobiano.

30

35

**Resumen de la invención**

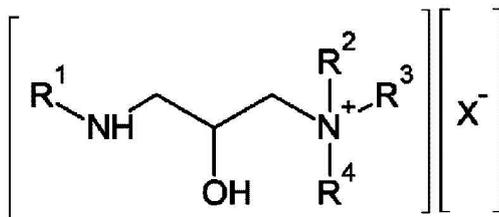
La presente invención está dirigida a proporcionar una membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones, que tenga excelentes propiedades antiincrustantes contra materiales incrustantes tales como sustancias orgánicas, inorgánicas y similares, rendimiento antimicrobiano contra microorganismos y similares, un flujo, una tasa de eliminación de sal y la retención de propiedades antiincrustantes y rendimiento antimicrobiano, un procedimiento de fabricación de las mismas y un módulo de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones que la incluya.

10

Uno de los aspectos de la presente invención proporciona una membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones, que incluye: un soporte poroso; una capa de soporte de polímero poroso; una capa de poliamida formada por la polimerización interfacial de una primera solución que incluye un compuesto amínico multifuncional y una segunda solución que incluye un compuesto de haluro de ácido multifuncional; y una capa antimicrobiana proporcionada por la unión covalente de un agente antimicrobiano, que es un compuesto representado por la siguiente Fórmula Química 1, a por lo menos una porción de una superficie de la capa de poliamida.

20

[Fórmula química 1]



En la Fórmula Química 1, R<sup>1</sup> a R<sup>4</sup> representan cada uno de ellos independientemente un ion de hidrógeno o un grupo alquílico C<sub>1</sub> a C<sub>10</sub>, y X<sup>-</sup> representa un ion de haluro.

25

Según una realización a modo de ejemplo de la presente invención, la capa antimicrobiana se puede proporcionar con el fin de rodear enteramente una superficie exterior de la capa de poliamida.

30

Además, la membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones puede tener un flujo de 24 GFD o más, una tasa de eliminación de sal del 99 % o más, y una tasa de

reducción de flujo de menos del 14 %, según se mide con el siguiente Procedimiento de Medición 1.

[Procedimiento de medición 1]

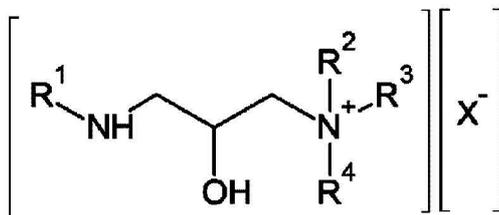
5

El flujo y la tasa de eliminación de sal se miden haciendo funcionar la membrana en una solución acuosa de cloruro de sodio (NaCl) con una concentración de 2.000 ppm a 25 °C y 225 psi durante una hora, y la tasa de reducción del flujo se mide haciendo funcionar la membrana en la misma solución acuosa en presencia de leche en polvo durante 2 horas y  
10 midiendo después la relación entre el flujo reducido y el flujo inicial.

Otro aspecto de la presente invención proporciona un procedimiento de fabricación de una membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones, que incluye los pasos de: (1) tratar una superficie superior de un soporte poroso con una solución de polímero para  
15 formar una capa de soporte de polímero poroso; (2) poner en contacto la capa de soporte de polímero con una primera solución que incluya un compuesto amínico multifuncional y tratar la capa de soporte de polímero resultante con una segunda solución que incluya un compuesto multifuncional de haluro de ácido para formar una capa de poliamida en una  
20 superficie superior de la capa de soporte de polímero; y 3) tratar la capa de poliamida con una solución formadora de capas antimicrobianas que contenga un agente antimicrobiano, que es un compuesto representado por la siguiente Fórmula Química 1, para formar una capa antimicrobiana adherida covalentemente a por lo menos una porción de la superficie de la capa de poliamida.

25

[Fórmula química 1]



En la Fórmula Química 1, R<sup>1</sup> a R<sup>4</sup> representan cada uno de ellos independientemente un ion de hidrógeno o un grupo alquílico C<sub>1</sub> a C<sub>10</sub>, y X<sup>-</sup> representa un ion de haluro.

30

Según una realización a modo de ejemplo de la presente invención, el compuesto amínico multifuncional en el paso (2) puede incluir uno o más seleccionados del grupo formado por m-fenilendiamina, p-fenilendiamina, o-fenilendiamina y dimetilenepiperazina.

5 Además, el compuesto de haluro de ácido multifuncional del paso (2) puede incluir uno o más seleccionados del grupo formado por el cloruro de trimesilo, el cloruro de isoftaloilo, el cloruro de tereftaloilo, el cloruro de tricarbonilo de 1,3,5-ciclohexano y el cloruro de tetracarbonilo de 1,2,3,4-ciclohexano.

10 Además, la unión covalente en el paso (3) puede ser la unión covalente de un grupo funcional residual del compuesto de haluro de ácido de la capa de poliamida con el agente antimicrobiano que es un compuesto representado por la Fórmula Química 1.

Además, el agente antimicrobiano puede estar contenido entre el 0,001 y el 0,6 % del peso  
15 total de la solución antimicrobiana formadora de capas.

Además, el paso (3) puede realizarse mediante el tratamiento con la solución antimicrobiana formadora de capas que contiene el agente antimicrobiano a una temperatura de 10 a 98 °C durante 5 a 600 segundos.

20 Además, la solución de polímeros en el paso (1) puede incluir uno o más polímeros seleccionados del grupo formado por un polímero a base de polisulfona, un polímero a base de poliamida, un polímero a base de poliimida, un polímero a base de poliéster, un polímero a base de olefina, fluoruro de polivinilideno, un polímero de polibenzimidazol y  
25 poliacrilonitrilo.

Además, la solución de polímero en el paso (1) puede incluir uno o más disolventes seleccionados del grupo formado por N-metil-2-pirrolidona (NMP), dimetilformamida (DMF), dimetil sulfóxido (DMSO) y dimetilacetamida (DMAc).

30 Otro aspecto de la presente invención es un módulo de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones, que incluye la membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones descrita anteriormente.

35

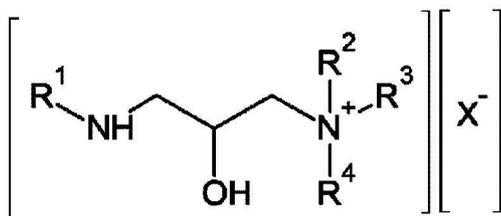
**Descripción detallada de las realizaciones a modo de ejemplo**

De aquí en adelante, la presente invención se describirá en detalle con referencia a realizaciones de modo que las personas expertas en la técnica puedan llevar a cabo fácilmente la presente invención. Aun así, la presente invención puede llevarse a cabo en varias formas diferentes, y por lo tanto, no está limitado a las realizaciones aquí descritas.

Para facilitar la comprensión de una membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones según la presente invención, se describirá una membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones de la presente invención con referencia a un procedimiento de fabricación que se describirá a continuación.

Una membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones, según una realización de la presente invención, se fabrica por medio de un procedimiento que incluye los pasos de: (1) tratar una superficie superior de un soporte poroso con una solución de polímero para formar una capa de soporte de polímero poroso; (2) poner en contacto la capa de soporte de polímero con una primera solución que incluya un compuesto amínico multifuncional y tratar la capa de soporte de polímero resultante con una segunda solución que incluya un compuesto multifuncional de haluro de ácido para formar una capa de poliamida en una superficie superior de la capa de soporte de polímero; y 3) tratar la capa de poliamida con una solución formadora de capas antimicrobianas que contenga un agente antimicrobiano, que es un compuesto representado por la siguiente Fórmula Química 1, para formar una capa antimicrobiana adherida covalentemente a por lo menos una porción de la superficie de la capa de poliamida.

[Fórmula química 1]



En la Fórmula Química 1, R<sup>1</sup> a R<sup>4</sup> representan cada uno de ellos independientemente un ion de hidrógeno o un grupo alquílico C<sub>1</sub> a C<sub>10</sub>, y X<sup>-</sup> representa un ion de haluro.

En primer lugar, se describirá el paso (1) de tratar una superficie superior de un soporte poroso con una solución de polímero para formar una capa de soporte de polímero poroso.

5 El soporte poroso puede usarse sin limitación alguna siempre y cuando sirva normalmente como soporte de una membrana de ósmosis inversa de la técnica y sea preferentemente un tejido, un tejido de punto o una tela no tejida y, más preferentemente, una tela no tejida.

10 Cuando el soporte poroso es una tela no tejida, el tipo, la finura, la longitud, el peso básico, la densidad y similares de la fibra incluida en la tela no tejida pueden ajustarse para controlar las propiedades físicas deseadas, tales como la porosidad, el diámetro de los poros, la resistencia y la permeabilidad, y similares, del soporte.

15 El material del soporte puede usarse sin limitación alguna siempre que pueda servir de soporte para una membrana típica y se utilice en un soporte para una membrana típica. Preferiblemente, se pueden usar fibras sintéticas seleccionadas del grupo formado por poliéster, polipropileno, nailon y polietileno; o fibras naturales tales como las fibras a base de celulosa.

20 El diámetro medio de los poros del soporte no está limitado, siempre que sea un diámetro medio de los poros de un soporte que pueda usarse normalmente en la técnica. Como ejemplo no limitante, el soporte puede tener un diámetro medio de poro de 1 a 100  $\mu\text{m}$ , y más preferentemente, de 1 a 50  $\mu\text{m}$ .

25 El soporte de la presente invención tiene preferentemente un espesor de 20 a 150  $\mu\text{m}$ . Un grosor de soporte inferior a 20  $\mu\text{m}$  puede afectar negativamente a la fuerza de la membrana entera y a su función como soporte, y un grosor de soporte superior a 150  $\mu\text{m}$  puede causar una disminución del flujo y una limitación en el procesamiento del módulo.

30 Además, se describirá la solución de polímero que se tratará en la superficie superior del soporte poroso.

35 En primer lugar, un disolvente incluido en la solución de polímero no está particularmente limitado mientras permita que un polímero incluido en la solución de polímero se disuelva uniformemente sin formación de un precipitado. De manera más preferente pueden usarse, solos o en combinación, N-metil-2-pirrolidona (NMP), dimetilformamida (DMF), dimetil sulfóxido (DMSO), dimetilacetamida (DMAc) y similares.

Como polímero, se puede usar cualquier polímero incluido en una capa de soporte de polímero para una típica membrana de ósmosis inversa, y el polímero tiene preferentemente un peso molecular promedio de 65.000 a 150.000 teniendo en cuenta la resistencia mecánica. A modo de ejemplo, se pueden usar uno o más seleccionados del grupo formado por un polímero a base de polisulfona, un polímero a base de poliamida, un polímero a base de poliimida, un polímero a base de poliéster, un polímero a base de olefina, fluoruro de polivinilideno, un polímero de polibenzimidazol y poliacrilonitrilo.

10 La solución de polímeros incluye preferentemente el polímero descrito anteriormente en un 7 a un 35 % de peso. Cuando el polímero se incluye a menos del 7 % en peso, la fuerza se degrada, y la viscosidad de la solución se reduce, y por lo tanto puede ser difícil fabricar una membrana. Cuando el polímero se incluye a más del 35 % en peso, la concentración de la solución de polímero aumenta excesivamente, y por lo tanto puede ser difícil fabricar una  
15 membrana.

La capa de soporte del polímero usada en la membrana de ósmosis inversa de la presente invención es una capa de soporte microporosa común, y no hay ninguna limitación particular en cuanto al tipo de la misma, pero la capa de soporte generalmente necesita tener una  
20 medida de poro que sea suficiente para permitir que penetra el agua permeable y que sea apropiada para no interferir con el entrecruzamiento de una película ultrafina formada sobre ella. En este caso, la capa de apoyo porosa tiene preferentemente un diámetro de poro de 1 a 500 nm, y cuando el diámetro del poro es superior a 500 nm, la película ultrafina se hunde en el poro después de ser formada, y por lo tanto puede ser difícil lograr la estructura de  
25 hoja lisa requerida.

A continuación se describirá el paso (2) de sumergir la capa de soporte del polímero en una primera solución que incluya un compuesto amínico multifuncional y tratar la capa de soporte del polímero resultante con una segunda solución que incluya un compuesto  
30 multifuncional de haluro de ácido para formar una capa de poliamida en una superficie superior de la capa de soporte del polímero.

El compuesto amínico multifuncional incluido en la primera solución es un material que tiene de 2 a 3 grupos amínicos funcionales por monómero y puede ser una poliamina que incluye  
35 aminas primarias o aminas secundarias. En este caso, como la poliamina puede usarse m-fenilendiamina, p-fenilendiamina, o-fenilendiamina, o una diamina primaria aromática, que es

un producto de sustitución, y, como otro ejemplo, puede usarse una diamina primaria alifática, una diamina primaria cicloalifática como la ciclohexina diamina, una amina secundaria cicloalifática como la piperazina, una amina secundaria aromática o similares. Más preferentemente, entre los compuestos de amina multifuncionales, se usa m-fenilendiamina, y, en este caso, se prefiere una solución acuosa que contiene m-fenilendiamina de un 0,5 a un 10 % en peso, y más preferentemente, la m-fenilendiamina está contenida entre un 1 y un 4 % en peso.

La capa de soporte del polímero puede ser sumergida en la primera solución, incluyendo el compuesto amínico, durante 0,1 a 10 minutos, y preferiblemente, de 0,5 a 1 minuto.

Además, el compuesto multifuncional de haluro de ácido incluido en la segunda solución puede usarse solo o en combinación con uno o más seleccionados del grupo formado por cloruro de trimetilo, cloruro de isoftaloilo, cloruro de tereftaloilo, cloruro de tricarbonilo de 1,3,5-ciclohexano y el cloruro de tetracarbonilo de 1,2,3,4-ciclohexano.

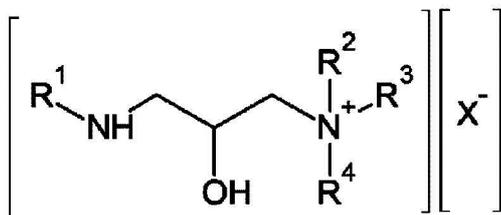
El compuesto de haluro de ácido multifuncional puede disolverse a entre el 0,01 y el 2 % en peso, y preferiblemente, a entre el 0,05 y el 0,3 % en peso, en un disolvente de hidrocarburo alifático. En este caso, como disolvente de hidrocarburo alifático, se usa preferentemente una mezcla de un C5 a un C12 n-alcano e isómeros estructurales de un hidrocarburo saturado o insaturado C8 o de un hidrocarburo cíclico C5 a C7. En la formación de la capa de poliamida de la presente invención, la capa de soporte que ha sido tratada con la solución acuosa que contiene aminas multifuncionales puede ser tratada con el compuesto de haluro de ácido multifuncional durante 0,1 a 10 minutos, y preferentemente, de 0,5 a 1 minuto.

A continuación, se describirá el paso (3) de tratar la capa de poliamida con una solución formadora de capas antimicrobianas que contiene un agente antimicrobiano para formar una capa antimicrobiana adherida covalentemente a por lo menos una porción de una superficie de la capa de poliamida.

El agente antimicrobiano se adhiere covalentemente a por lo menos una porción de una superficie de la capa de poliamida para formar una capa antimicrobiana, y el agente antimicrobiano incluye un compuesto representado por la siguiente Fórmula Química 1.

35

[Fórmula química 1]



- En la Fórmula Química 1, R<sup>1</sup> a R<sup>4</sup> representan cada uno de ellos independientemente un ion de hidrógeno o un grupo alquílico C<sub>1</sub> a C<sub>10</sub>, y X<sup>-</sup> representa un ion de haluro. Preferentemente, R<sup>1</sup> a R<sup>4</sup> representan cada uno de ellos independientemente un grupo alquílico de C<sub>1</sub> a C<sub>6</sub>, y X<sup>-</sup> representa F<sup>-</sup> o Cl<sup>-</sup>, y más preferentemente, R<sup>1</sup> a R<sup>4</sup> representa cada uno de ellos independientemente un grupo alquílico de C<sub>1</sub> a C<sub>4</sub>, y X<sup>-</sup> es Cl<sup>-</sup>.
- 10 En cambio, la unión covalente en el paso (3) puede ser la unión covalente de un grupo funcional residual del compuesto de haluro de ácido de la capa de poliamida con el agente antimicrobiano, que es un compuesto representado por la Fórmula Química 1.

- 15 Cuando el agente antimicrobiano, que es un compuesto representado por la Fórmula Química 1, se une covalentemente a por lo menos una porción de una superficie de la capa de poliamida descrita anteriormente para formar la capa antimicrobiana, se pueden mejorar las propiedades antiincrustantes contra los materiales incrustantes tales como las sustancias inorgánicas, las sustancias orgánicas y los microorganismos, y se pueden lograr propiedades antiincrustantes notablemente excelentes bajo diversas condiciones de agua
- 20 bruta tales como agua salada (salobre), aguas residuales y agua de mar, y una excelente resistencia. Por consiguiente, puesto que la resistencia al ensuciamiento de la membrana de ósmosis inversa de la presente invención puede impedir fundamentalmente el ensuciamiento de la membrana que ocurre durante el funcionamiento, es posible reducir los costes de operación y mejorar la eficiencia operativa y la vida útil de la membrana
- 25 extendiendo el ciclo de limpieza en comparación con una membrana comercializada convencionalmente. Por lo tanto, la membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones puede usarse para diversas aplicaciones.

- Mientras tanto, en el paso (3), la capa de poliamida puede ser tratada con la solución
- 30 formadora de capas antimicrobianas que contiene el agente antimicrobiano a entre 10 y 98 °C, y preferentemente, a entre 20 y 95 °C durante 5 a 600 segundos, preferentemente de 10 a 300 segundos, y más preferentemente de 20 a 240 segundos para formar una capa

antimicrobiana. Cuando no se cumplen las condiciones de temperatura descritas anteriormente para el tratamiento con la solución formadora de capas antimicrobianas, no se forma fácilmente una capa antimicrobiana y, por lo tanto, las propiedades antiincrustantes y el rendimiento antimicrobiano pueden degradarse, y la retención de las propiedades antiincrustantes y el rendimiento antimicrobiano también pueden degradarse. Además, cuando el tiempo de tratamiento es inferior a 5 segundos, no se forma el nivel deseado de capa antimicrobiana, y por lo tanto las propiedades antiincrustantes y el rendimiento antimicrobiano pueden degradarse, y la retención de las propiedades antiincrustantes y el rendimiento antimicrobiano también pueden degradarse. Por otra parte, cuando el tiempo de tratamiento es superior a 600 segundos, pueden degradarse el flujo inicial y la tasa de eliminación de sal.

En este caso, el tratamiento con la solución antimicrobiana formadora de capas puede ser realizado por medio de un procedimiento típico, y preferentemente, por pulverización o por impregnación, pero la presente invención no está limitada a ello.

El agente antimicrobiano puede estar contenido en un porcentaje del 0,001 al 0,6 % en peso, preferiblemente del 0,005 al 0,5 % en peso, y más preferiblemente del 0,01 al 0,45 % en peso con respecto al peso total de la solución antimicrobiana formadora de capas. Cuando el contenido del agente antimicrobiano es inferior al 0,001 % en peso con respecto al peso total de la solución antimicrobiana formadora de capas, las propiedades antiincrustantes y el rendimiento antimicrobiano pueden verse degradados, y la retención de las propiedades antiincrustantes y el rendimiento antimicrobiano también pueden verse degradados. Por otra parte, cuando el contenido del agente antimicrobiano es superior al 0,6 % en peso, el flujo inicial y la tasa de eliminación de sal pueden degradarse.

Sin embargo, el procedimiento de fabricación de una membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones según la presente invención puede incluir, además, después del paso (3), el paso (4) de realización de la limpieza con cada uno de una solución acuosa básica y agua destilada a entre 20 y 95 °C durante 1 a 150 minutos para eliminar residuos e impurezas, pero la presente invención no está limitada a ello.

La membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones de la presente invención, que se fabrica mediante el procedimiento de fabricación descrito anteriormente, incluye: un soporte poroso; una capa de soporte de polímero poroso; una capa de poliamida formada por la polimerización interfacial de una primera solución que incluye un compuesto amínico

multifuncional y una segunda solución que incluye un compuesto de haluro de ácido multifuncional; y una capa antimicrobiana proporcionada por la unión covalente de un agente antimicrobiano, que es un compuesto representado por la Fórmula Química 1, a por lo menos una porción de una superficie de la capa de poliamida.

5

En cuanto a la descripción de la membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones según la presente invención que se describirá a continuación, se omitirá la misma descripción que en la anterior descripción del procedimiento de fabricación de una membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones.

10

No obstante, la estructura de vinculación del soporte poroso, la capa de soporte del polímero y la capa de poliamida incluida en la resistencia al ensuciamiento de la membrana de ósmosis inversa según la realización de la presente invención, pueden variar, y la resistencia al ensuciamiento de la membrana de ósmosis inversa puede tener varias estructuras de

15

unión en las que las capas individuales se proporcionan como capas múltiples, la capa de soporte del polímero y la capa de poliamida son secuencialmente apiladas en ambas superficies del soporte poroso, y similares, pero la invención presente no está particularmente limitada a ello. Como ejemplo, la resistencia al ensuciamiento de la

20

membrana de ósmosis inversa según la invención presente puede incluir un soporte poroso, una capa de soporte de polímero proporcionada en una superficie superior del soporte poroso, y una capa de poliamida proporcionada en una superficie superior de la capa de soporte de polímero.

Como se ha descrito anteriormente, la capa antimicrobiana puede proporcionarse en al menos una porción de una superficie de la capa de poliamida y se proporciona preferentemente para rodear completamente una superficie exterior de la capa de poliamida.

Por consiguiente, las excelentes propiedades anti-incrustantes contra los materiales incrustantes como las sustancias orgánicas, las sustancias inorgánicas y similares, el excelente rendimiento antimicrobiano contra los microorganismos y similares, un excelente

30

flujo, una excelente tasa de eliminación de sal y una excelente retención de las propiedades anti-incrustantes y el rendimiento antimicrobiano pueden ser exhibidos al mismo tiempo.

Ahora bien, la membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones según la presente invención puede tener un flujo de 24 GFD o más (preferiblemente 25 GFD o más),

35

un índice de eliminación de sal del 99 % o más (preferiblemente del 99,5 % o más), y un índice de reducción de flujo de menos del 14 % (preferiblemente de menos del 12 %, y más

preferiblemente, de menos del 5 %), según se mide por el siguiente Procedimiento de Medición 1.

[Procedimiento de medición 1]

5

El flujo y la tasa de eliminación de sal se miden haciendo funcionar la membrana en una solución acuosa de cloruro de sodio (NaCl) con una concentración de 2.000 ppm a 25 °C y 225 psi durante una hora, y la tasa de reducción del flujo se mide haciendo funcionar la membrana en la misma solución acuosa en presencia de leche en polvo durante 2 horas y  
10 midiendo luego la relación entre el flujo reducido y el flujo inicial.

Además, la presente invención proporciona un módulo de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones que incluye la membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones descrita anteriormente según la presente invención.

15

La configuración del módulo de ósmosis inversa puede ser la misma que la de un módulo de ósmosis inversa normalmente usado en la técnica. Como ejemplo no limitativo, la membrana de ósmosis inversa puede enrollarse en espiral alrededor de un tubo poroso de salida de agua permeable junto con un espaciador para formar un canal de flujo, y pueden incluirse  
20 tapas finales en ambos extremos de la membrana herida para la estabilidad de la forma de la misma. El material, la forma y el tamaño del espaciador y la tapa final pueden ser los mismos que los de un espaciador y una tapa final usados en un módulo típico de ósmosis inversa. La herida de la membrana de ósmosis inversa, como se ha descrito anteriormente, puede alojarse en una caja exterior, y el material, el tamaño y la forma de la caja exterior  
25 también pueden ser los mismos que los de una caja exterior usada en un módulo típico de ósmosis inversa.

30

Además, el módulo de ósmosis inversa según una realización a modo de ejemplo de la presente invención puede incluir la membrana de ósmosis inversa según la presente invención en un estado enrollado en espiral alrededor de una tubería de salida de agua permeable y porosa en el caso exterior.

35

Según la membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones, el procedimiento de fabricación de la misma y el módulo de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones que incluye la misma de la presente invención, las propiedades antiincrustantes contra los materiales incrustantes tales como las sustancias orgánicas, inorgánicas y similares y el

rendimiento antimicrobiano contra los microorganismos y similares pueden ser excelentes, y un flujo, una tasa de eliminación de sal y la retención de las propiedades antiincrustantes y el rendimiento antimicrobiano también pueden ser excelentes.

- 5 De aquí en adelante, la invención presente será descrita con referencia a realizaciones a modo de ejemplo, aunque las realizaciones a modo de ejemplo se proporcionan con fines ilustrativos y no se pretende que limiten el alcance de la presente invención.

### Ejemplos

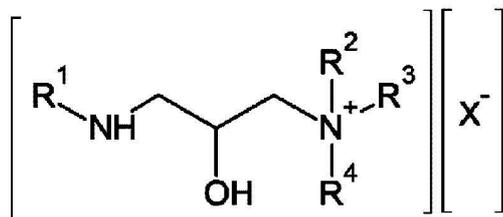
10

#### **Ejemplo 1: Fabricación de una membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones**

Una solución de polímero que incluye dimetilformamida como disolvente y polisulfona como  
15 polímero al 17,5 % en peso se vertió hasta un grosor medio de 125  $\mu\text{m}$  sobre una tela no tejida de poliéster, y el material resultante se sumergió inmediatamente en agua destilada a 25 °C para inducir la transición de fase, formando así una capa de soporte de polímero. A continuación, el material resultante se lavó lo suficiente como para eliminar el disolvente y el agua de la capa de soporte y se guardó en agua pura. Después, la capa de soporte de  
20 polímero se sumergió durante un minuto en una primera solución (solución acuosa) que incluía m-fenilendiamina al 2,25 % en peso como un compuesto amínico multifuncional, y después la capa de solución acuosa en la superficie se eliminó por compresión. Posteriormente, la capa de soporte de polímero resultante se sumergió durante un minuto en una segunda solución (solución orgánica) que incluía cloruro de trimetilo al 0,07 % en  
25 peso y cloruro de isoftaloilo al 0,03 % en peso como compuestos de haluro de ácido multifuncionales para inducir la polimerización interfacial y luego se secó a 25 °C durante un minuto para formar una capa de poliamida en una superficie superior de la capa de soporte de polímero.

30 Inmediatamente después de formarse, se sumergió la capa de poliamida durante un minuto en una solución formadora de capas antimicrobianas (solución acuosa) que contiene un agente antimicrobiano, que es un compuesto representado por la siguiente Fórmula Química 1, al 0,2 % en peso, después se sumergió durante 2 horas en una solución acuosa básica que incluye carbonato de sodio al 0,2 % en peso para eliminar los residuos que no hayan  
35 reaccionado, y se lavó durante 30 minutos para fabricar una membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones.

[Fórmula química 1]



- 5 En la Fórmula Química 1, R<sup>1</sup> representa un átomo de hidrógeno, R<sup>2</sup> a R<sup>4</sup> representan cada uno independientemente un grupo metilo, y X<sup>-</sup> representa Cl<sup>-</sup>.

### Ejemplos 2 a 11 y Ejemplo Comparativo 1

- 10 Las membranas de ósmosis inversa resistentes a las incrustaciones se fabricaron de la misma manera que en el ejemplo 1, salvo que el contenido de un agente antimicrobiano, el tiempo de tratamiento de una solución formadora de capas antimicrobianas, si se formó una capa antimicrobiana, y similares se cambiaron como se muestra en los cuadros 1 a 3 siguientes.

15

### Ejemplo comparativo 2

Se fabricó una membrana de ósmosis inversa de la misma manera que en el ejemplo 1, salvo que se usó N-2-aminoetil-2,3,4,5,6-pentahidroxi hexanamida como agente antimicrobiano.

20

### Ejemplo comparativo 3

Se fabricó una membrana de ósmosis inversa de la misma manera que en el ejemplo 1, salvo que se formó una capa antimicrobiana por adsorción física mediante impregnación con una solución acuosa que contenía cloruro de glicidítrimetilamonio y que no tenía ningún grupo amínico en su terminación al 0,2 % en peso.

25

### Ejemplos experimentales

30

Las membranas de ósmosis inversa resistentes a las incrustaciones fabricadas según los ejemplos y los ejemplos comparativos se evaluaron en relación con las siguientes

propiedades físicas, y los resultados de las mismas se muestran en los cuadros 1 a 3 que figuran a continuación.

### 1. Evaluación del rendimiento antimicrobiano

5

El rendimiento antimicrobiano de las membranas de ósmosis inversa resistentes a las incrustaciones fabricadas según los ejemplos y los ejemplos comparativos se midió de acuerdo con un método de adhesión de películas JIS Z 2010. Se inocularon en una muestra soluciones de ensayo microbianas que contenían cada uno de *Staphylococcus aureus* en un número inicial de bacterias de  $1,7 \times 10^4$  (número de bacterias/cm<sup>2</sup>) y *Escherichia coli* en un número inicial de bacterias de  $1,6 \times 10^4$  (número de bacterias/cm<sup>2</sup>), que se extendieron uniformemente cubriendo la muestra con una película estándar, y se sometieron a un cultivo estacionario a 35 °C y a una humedad relativa del 90 % durante 24 horas, y luego se neutralizaron con una solución neutralizante. Posteriormente, se recogió la solución y se incubó en un medio, y 24 horas más tarde se midió el número de bacterias (número de bacterias/cm<sup>2</sup>).

15

### 2. Evaluación del flujo y la tasa de eliminación de sal

Cada una de las membranas de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones fabricadas de acuerdo con los ejemplos y los ejemplos comparativos se hizo funcionar durante una hora en una solución acuosa de cloruro de sodio con una concentración de 2.000 ppm a 25 °C y 225 psi. Después se recogió una muestra y se midió el flujo y la tasa de eliminación de sal de la misma.

25

### 3. Evaluación de las propiedades anti-incrustantes

Cada una de las membranas de ósmosis inversa resistentes a las incrustaciones fabricadas de acuerdo con los ejemplos y los ejemplos comparativos se hizo funcionar en soluciones acuosas de cloruro de sodio con una concentración de 2.000 ppm, conteniendo cada una de ellas leche en polvo a 50 ppm, bromuro de dodecil-trimetilamonio (DTAB) a 5 ppm, sulfato de dodecilo de sodio (SDS) a 50 ppm, y Tritón-X100 a 5 ppm, a 25 °C y 225 psi durante 2 horas, y se evaluó la tasa de reducción del flujo en relación con un flujo inicial.

35

## 4. Evaluación de la resistencia

5 Cada una de las membranas de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones fabricadas según los ejemplos y los ejemplos comparativos se hizo funcionar secuencialmente en el 0,1 % en peso de hidróxido de sodio, el 0,2 % en peso de ácido clorhídrico, y agua cruda a 225 psi y 25 °C durante una hora en cada solución y se limpió con agua pura. Después se midió la carga superficial antes y después de estar en funcionamiento. Se verificó la resistencia determinando si la capa antimicrobiana de la superficie se desprendía en condiciones ácidas y básicas de acuerdo con un cambio en el resultado de la medición de la carga superficial (sin cambio en el valor de la carga superficial: ○, cambio en el valor de la carga superficial: ×).

10

[Tabla 1]

Clasificación		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5
Contenido de agentes antimicrobianos ( % en peso)		0,2	0,0005	0,003	0,01	0,45
Tiempo de tratamiento de la solución antimicrobiana formadora de capas (seg.)		60	60	60	60	60
Tipo de agente antimicrobiano		Fórmula química 1	Fórmula química 1	Fórmula química 1	Fórmula química 1	Fórmula química 1
Procedimiento de unión de la capa antimicrobiana		Química	Química	Química	Química	Química
Rendimiento antimicrobiano	<i>Staphylococcus aureus</i> (número de bacterias/cm <sup>2</sup> )	2,1×10	8,2×10 <sup>3</sup>	9,1×10 <sup>2</sup>	9,7×10	1,5×10
	<i>Escherichia coli</i> (número de bacterias/cm <sup>2</sup> )	<0,63	5,4×10 <sup>3</sup>	4,9×10	2,4	<0,63
Flujo (GFD)		27,45	27,54	27,53	27,50	25,71
Tasa de eliminación de sal ( %)		99,70	99,73	99,73	99,72	99,68
Tasa de reducción de flujo	Leche en polvo	-2,94	-14,91	-13,81	-4,02	-2,83
	DTAB	-37,27	-51,33	-48,20	-39,87	-36,98

( %)	SDS	-13,99	-14,88	-14,65	-14,23	-13,81
	Tritón-X100	-3,84	-15,14	-11,17	-5,13	-3,72
Resistencia		○	○	○	○	○

[Tabla 2]

Clasificación		Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 10
Contenido de agentes antimicrobianos ( % en peso)		0,55	0,7	0,2	0,2	0,2
Tiempo de tratamiento de la solución antimicrobiana formadora de capas (seg.)		60	60	3	20	240
Tipo de agente antimicrobiano		Fórmula química 1	Fórmula química 1	Fórmula química 1	Fórmula química 1	Fórmula química 1
Procedimiento de unión de la capa antimicrobiana		Química	Química	Química	Química	Química
Rendimiento antimicrobiano	<i>Staphylococcus aureus</i> (número de bacterias/cm <sup>2</sup> )	1,5×10	1,4×10	7,6×10 <sup>3</sup>	9,2×10	1,7×10
	<i>Escherichia coli</i> (número de bacterias/cm <sup>2</sup> )	<0,63	<0,63	5,1×10 <sup>3</sup>	2,1	<0,63
Flujo (GFD)		23,74	20,90	27,54	27,51	25,95
Tasa de eliminación de sal ( %)		99,58	99,42	99,73	99,73	99,69
Tasa de reducción de flujo ( %)	Leche en polvo	-2,81	-2,79	-14,70	-3,86	-2,88
	DTAB	-36,90	-36,85	-50,42	-38,11	-37,02
	SDS	-13,77	-13,71	-14,94	-14,27	-13,78
	Tritón-X100	-3,70	-3,68	-15,24	-4,96	-3,69
Resistencia		○	○	○	○	○

[Tabla 3]

Clasificación	Ejemplo11	Ejemplo comparativo1	Ejemplo comparativo2	Ejemplo comparativo3
Contenido de agentes	0,2	-	0,03	0,2

antimicrobianos ( % en peso)					
Tiempo de tratamiento de la solución antimicrobiana formadora de capas (seg,)		650	-	60	60
Tipo de agente antimicrobiano		Fórmula química 1	-	Otro tipo <sup>1)</sup>	Otro tipo <sup>2)</sup>
Procedimiento de unión de la capa antimicrobiana		Química	-	Química	Físico
Rendimiento antimicrobiano	<i>Staphylococcus aureus</i> (número de bacterias/cm <sup>2</sup> )	1,6×10	2,4×10 <sup>4</sup>	1,9×10 <sup>3</sup>	7,8×10
	<i>Escherichia coli</i> (número de bacterias/cm <sup>2</sup> )	<0,63	1,1×10 <sup>4</sup>	1,1×10 <sup>3</sup>	4,3
Flujo (GFD)		20,73	27,55	27,40	27,44
Tasa de eliminación de sal ( %)		99,41	99,73	99,62	99,57
Tasa de reducción de flujo ( %)	Leche en polvo	-2,78	-16,85	-14,50	-7,02
	DTAB	-36,91	-57,95	-49,72	-41,56
	SDS	-13,77	-15,83	-14,89	-14,43
	Tritón-X100	-3,68	-18,11	-13,26	-7,57
Resistencia		○	-	○	×
1) En el ejemplo comparativo 2, se usó N-2-aminoetil-2,3,4,5,6-pentahidroxi hexanamida como agente antimicrobiano.					
2) En el ejemplo comparativo 3, se formó una capa antimicrobiana por adsorción física mediante impregnación con una solución acuosa que contenía cloruro de glicidítrimetilamonio, sin que hubiera ningún grupo amínico en el término de la misma.					

5 Como se muestra en los cuadros 1 a 3, puede verse que los ejemplos 1, 3 a 6, 9 y 10, que satisfacen todas las condiciones según la presente invención (como el contenido de un agente antimicrobiano, el tiempo de tratamiento de una solución formadora de capas antimicrobianas, si se formó una capa antimicrobiana, un tipo de agente antimicrobiano, un procedimiento de unión de una capa antimicrobiana y una capa de poliamida, y similares), mostraron un excelente rendimiento antimicrobiano, un excelente flujo, una excelente tasa de eliminación de sal y una baja tasa de reducción de flujo, por lo que pueden exhibirse

propiedades antiincrustantes notablemente excelentes, en comparación con los ejemplos 2, 7, 8 y 11 y los ejemplos comparativos 1 a 3 que no satisfacían al menos una de las condiciones mencionadas.

- 5 Según la membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones, el procedimiento de fabricación de la misma, y el módulo de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones que incluye lo mismo de la presente invención, las propiedades antiincrustantes contra los materiales incrustantes como las sustancias orgánicas, inorgánicas y similares y el rendimiento antimicrobiano contra los microorganismos y similares pueden ser excelentes, y
- 10 un flujo, una tasa de eliminación de sal y la retención de las propiedades antiincrustantes y el rendimiento antimicrobiano también pueden ser excelentes.

Aunque la presente invención ha sido descrita en detalle con referencia a las realizaciones a modo de ejemplo de la invención presente, el alcance de la invención presente no está

15 limitado a las realizaciones a modo de ejemplo. Los expertos en la materia deberían entender que se pueden proponer otras realizaciones a modo de ejemplo mediante la adición, modificación y eliminación de componentes, y que estas realizaciones a modo de ejemplo también pueden incluirse en el ámbito de aplicación de la presente invención.

## REIVINDICACIONES

1. Una membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones que comprende:

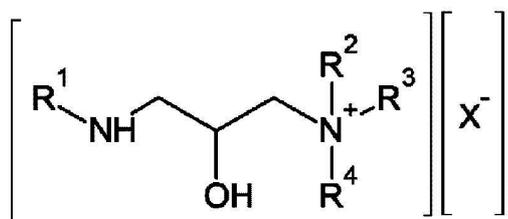
un soporte poroso;

5 una capa de soporte de polímero poroso;

una capa de poliamida formada por la polimerización interfacial de una primera solución, que incluye un compuesto amínico multifuncional y una segunda solución que incluye un compuesto de haluro de ácido multifuncional; y

10 una capa antimicrobiana proporcionada por la unión covalente de un agente antimicrobiano, que es un compuesto representado por la siguiente Fórmula Química 1, a por lo menos una porción de una superficie de la capa de poliamida:

[Fórmula química 1]



15 en la Fórmula Química 1, R<sup>1</sup> a R<sup>4</sup> representan cada uno de ellos independientemente un ion de hidrógeno o un grupo alquílico C<sub>1</sub> a C<sub>10</sub>, y X<sup>-</sup> representa un ion de haluro.

20 2. La membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones de la reivindicación 1, en la que se proporciona la capa antimicrobiana para rodear completamente una superficie exterior de la capa de poliamida.

25 3. La membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones de la reivindicación 1, en donde la membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones tiene un flujo de 24 GFD o más, una tasa de eliminación de sal del 99 % o más, y una tasa de reducción de flujo de menos del 14 %, según se mide con el siguiente procedimiento de medición 1.

[Procedimiento de medición 1]

30 El flujo y la tasa de eliminación de sal se miden haciendo funcionar durante una hora la membrana en una solución acuosa de cloruro de sodio (NaCl) con una concentración de 2.000 ppm a 25 °C y 225 psi, y la tasa de reducción del flujo se mide haciendo funcionar la membrana durante 2 horas en la misma solución acuosa en presencia de leche en polvo y midiendo después la relación entre el flujo reducido y el flujo inicial.

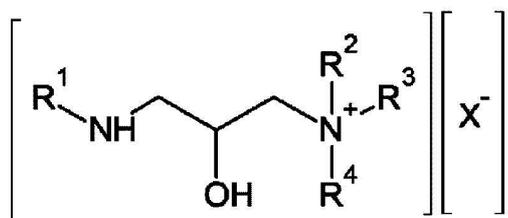
4. Un procedimiento de fabricación de una membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones, que comprende los pasos de:

(1) tratar una superficie superior de un soporte poroso con una solución de polímero para formar una capa de soporte de polímero poroso;

5 (2) poner en contacto la capa de apoyo del polímero con una primera solución que incluya un compuesto amínico multifuncional y tratar la capa de apoyo del polímero resultante con una segunda solución que incluya un compuesto multifuncional de haluro de ácido para formar una capa de poliamida en una superficie superior de la capa de apoyo del polímero; y

10 (3) tratar la capa de poliamida con una solución formadora de capas antimicrobianas que contenga un agente antimicrobiano, que es un compuesto representado por la siguiente Fórmula Química 1, para formar una capa antimicrobiana adherida covalentemente a por lo menos una porción de una superficie de la capa de poliamida:

[Fórmula química 1]



15 en la Fórmula Química 1, R<sup>1</sup> a R<sup>4</sup> representan cada uno de ellos independientemente un ion de hidrógeno o un grupo alquílico C<sub>1</sub> a C<sub>10</sub>, y X<sup>-</sup> representa un ion de haluro.

20 5. El procedimiento de la reivindicación 4, en el que el compuesto amínico multifuncional del paso (2) incluye uno o más seleccionados del grupo formado por m-fenilendiamina, p-fenilendiamina, o-fenilendiamina y dimetilenepiperazina.

25 6. El procedimiento de la reivindicación 4, en el que el compuesto de haluro de ácido multifuncional del paso (2) incluye uno o más seleccionados del grupo formado por cloruro de trimesoilo, cloruro de isoftaloilo, cloruro de tereftaloilo, cloruro de tricarbonilo de 1,3,5-ciclohexano y cloruro de tetracarbonilo de 1,2,3,4-ciclohexano.

30 7. El procedimiento de la reivindicación 4, en el que la unión covalente en el paso (3) es la unión covalente de un grupo funcional residual del compuesto de haluro de ácido de la capa de poliamida con el agente antimicrobiano, que es un compuesto representado por la Fórmula Química 1.

- 8.** El procedimiento de la reivindicación 4, en el que el agente antimicrobiano está contenido a entre el 0,001 y el 0,6 % en peso con respecto al peso total de la solución antimicrobiana formadora de capas.
- 5 **9.** El procedimiento de la reivindicación 4, en el que el paso (3) se realiza mediante el tratamiento con la solución antimicrobiana formadora de capas que contiene el agente antimicrobiano, a 10 a 98 °C durante 5 a 600 segundos.
- 10 **10.** El procedimiento de la reivindicación 4, en el que la solución de polímero en el paso (1) incluye uno o más polímeros seleccionados del grupo formado por un polímero a base de polisulfona, un polímero a base de poliamida, un polímero a base de poliimida, un polímero a base de poliéster, un polímero a base de olefina, fluoruro de polivinilideno, un polímero de polibenzimidazol y poliacrilonitrilo.
- 15 **11.** El procedimiento de la reivindicación 4, en el que la solución de polímero en el paso (1) incluye uno o más disolventes seleccionados del grupo formado por N-metil-2-pirrolidona (NMP), dimetilformamida (DMF), dimetil sulfóxido (DMSO) y dimetilacetamida (DMAc).
- 20 **12.** Un módulo de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones que comprende la membrana de ósmosis inversa resistente a las incrustaciones según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3.