



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(19) **RU** (11) **2 418 621** (13) **C1**

(51) МПК
B01D 71/02 (2006.01)
B82B 3/00 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2009142479/05, 19.11.2009

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
19.11.2009

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 19.11.2009

(45) Опубликовано: 20.05.2011 Бюл. № 14

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2355466 C2, 20.05.2009. US 6464881 A, 15.10.2002. RU 2283691 C1, 20.09.2006. RU 2335334 C1, 10.10.2008. RU 2305587 C2, 10.09.2007. US 7390536 B2, 24.06.2008.

Адрес для переписки:

410012, г.Саратов, ул. Московская, 155, СГУ,
ЦПУ, Н.В. Романовой

(72) Автор(ы):

Сучков Сергей Германович (RU),
Запороцкова Ирина Владимировна (RU),
Васильковский Сергей Владимирович (RU),
Сучков Дмитрий Сергеевич (RU),
Селифонов Антон Викторович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Государственное образовательное
учреждение высшего профессионального
образования "Саратовский государственный
университет им. Н.Г. Чернышевского" (RU)

(54) СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ НАНОМЕМБРАННЫХ ФИЛЬТРОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к нанотехнологии, в частности к созданию наномембранных фильтров в виде пленок с наноразмерными отверстиями для использования в качестве фильтров сверхтонкой очистки жидкостей и газов, или для селективной фильтрации атомов определенного размера, или в биотехнологии для очистки и концентрирования вирусов. Согласно способу для получения наноразмерных отверстий используется «островковая» структура тонких металлических пленок, возникающая на

начальных этапах напыления, пока толщина пленки не превышает 5-10 нм, а «прошивка» наноразмерных отверстий производится электрическим током пробоя, проходящим в толще слоистой структуры по металлическим «островкам». Техническим результатом изобретения является разработка способа изготовления наномембранных фильтров большой площади с повышенной селективностью и механической прочностью, и устойчивостью к химическим реактивам и высоким температурам. 1 ил.

RU 2 418 621 C1

RU 2 418 621 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.
B01D 71/02 (2006.01)
B82B 3/00 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2009142479/05, 19.11.2009**

(24) Effective date for property rights:
19.11.2009

Priority:

(22) Date of filing: **19.11.2009**

(45) Date of publication: **20.05.2011 Bull. 14**

Mail address:

**410012, g.Saratov, ul. Moskovskaja, 155, SGU,
TsPU, N.V. Romanovoj**

(72) Inventor(s):

**Suchkov Sergej Germanovich (RU),
Zaporotskova Irina Vladimirovna (RU),
Vasil'kovskij Sergej Vladimirovich (RU),
Suchkov Dmitrij Sergeevich (RU),
Selifonov Anton Viktorovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie
vysshego professional'nogo obrazovanija
"Saratovskij gosudarstvennyj universitet im.
N.G. Chernyshevskogo" (RU)**

(54) METHOD OF PRODUCING NANOMEMBRANE FILTERS

(57) Abstract:

FIELD: process engineering.

SUBSTANCE: invention relates to nanotechnologies, particularly, to production of nanomembrane filters with nanosized orifices to be used as superfine fluid and gas cleaning filters, or for selective filtration of definite-size atoms, or in biotechnologies for virus concentration and separation. For producing nanosized orifices island

structure of fine metal films is used that originates on initial stage of deposition unless film thickness exceeds 5-10 nm, while piercing nanosized orifices is performed by breakdown electric current in depth of laminar structure across metal islands.

EFFECT: production of nanomembrane filters of larger area, higher selectivity, mechanical strength and resistance to high temperatures and chemicals.

1 dwg

RU 2 418 621 C1

RU 2 418 621 C1

Изобретение относится к области нанотехнологий, в частности к области создания наномембранных фильтров в виде пленок с наноразмерными отверстиями для использования в качестве фильтров сверхтонкой очистки жидкостей и газов, или для селективной фильтрации атомов определенного размера, или в биотехнологии для
5 очистки и концентрирования вирусов. Изобретение предназначено для изготовления наномембранных фильтров большой площади с высокой селективностью, прочностью, устойчивостью к большинству химических реактивов и высоким температурам (до 500°C), а также для упрощения и удешевления технологии их
10 изготовления.

Известен способ изготовления фильтрующих элементов путем нанесения неорганических мембран из суспензии оксида циркония на поверхность пористой трубчатой углеродной подложки (см. патент США №3977967, МПК A23C 9/142; B01D 61/14; B01D 63/06). В указанном способе активный слой наносится на подложку путем
15 прокачивания суспензии под некоторым избыточным давлением над ее поверхностью (по типу динамической мембраны). Сцепление активного слоя с подложкой осуществляется в основном за счет проникновения суспензии в поры подложки. В ряде случаев, например при регенерации фильтрующих мембран обратной промывкой или
20 продувкой сжатым воздухом, прочность такого сцепления оказывается недостаточной из-за плохой адгезии оксидов к углероду, что приводит к разрушению мембран.

Однако нанокристаллическая фильтрующая мембрана, сформированная на поверхности пористого материала осаждением плазменного потока, содержит множество дефектов структуры нанометрического порядка: вакансии,
25 дислокационные петли, субграницы зерен, включения второй фазы, поры с кристаллографической огранкой, внутренние поверхности зерен и др. Любой дефект является каналом быстрой диффузии или фильтрации. Поскольку толщина наномембраны (10 мкм) сопоставима с протяженностью неоднородности и
30 практически любой, перечисленный выше, макродефект наноструктуры связывает обе поверхности мембраны, т.е. становится сквозным, то селективность такой мембраны для сверхвысокой очистки является недостаточной.

Известен также способ создания наномембранных фильтров на основе трековых мембран (см. патент на изобретение РФ №2235583, МПК B01D 71/06), который
35 заключается в том, что полимерную пленку облучают ускоренными заряженными частицами, сенсibiliзируют излучением в ультрафиолетовом диапазоне и обрабатывают травящим щелочным реагентом. В результате в пленке образовывались поверхностные или сквозные цилиндрические отверстия - поры
40 диаметром от 30 до 1000 нм с плотностью до 10^{10} штук на 1 см^2 . Затем пленку последовательно обрабатывают раствором полиэтиленimina и раствором полимера, снижающего сорбционную способность материала пленки по отношению к белкам и ферментам. Полученные мембраны обладают минимальной сорбционной
45 способностью по отношению к белковым соединениям, необходимой при плазмафорезе, при фильтрации лекарственных сред, вакцин, молочной сыворотки, различных напитков.

Однако для изготовления таких мембран требуется очень дорогой ускоритель ионов высоких энергий, а площадь фильтрующей поверхности весьма мала, так как
50 пучок в ускорителе имеет малый диаметр. Кроме того, полимерные пленки нельзя применять в агрессивных химических средах и при высоких температурах.

Наиболее близким к предлагаемому является способ изготовления фильтрующего элемента и фильтрующий элемент, включающий в себя следующие этапы: 1) нанесение

5 мембранного слоя на несущую подложку; 2) травление мембранной камеры на противоположной мембранному слою стороне несущей подложки, в результате чего остается еще остаточный слой несущей подложки; 3) образование пор в мембранном слое посредством литографии и травления для создания перфорированной мембраны; 4) удаление остаточного слоя посредством травления для освобождения мембранного слоя; 5) мембранный слой на этапе 1) или на более позднем этапе подвергают дополнительной обработке для повышения механической прочности (см. заявку на изобретение №2006103984, МПК В01D 71/02).

10 Недостатком способа является его трудоемкость.

Задачей настоящего изобретения является разработка способа изготовления наномембранных фильтров большой площади с повышенной селективностью и механической прочностью, устойчивостью к химическим реактивам и высоким температурам.

15 Технический результат заключается в достижении высоких эксплуатационных характеристик (устойчивость к агрессивным средам и высоким температурам) наномембранных фильтров, не достижимых известными способами.

20 Поставленная задача достигается тем, что в предлагаемом способе для получения наноразмерных отверстий используется «островковая» структура тонких металлических пленок, возникающая на начальных этапах напыления, пока толщина пленки не превышает 5-10 нм, а «прошивка» наноразмерных отверстий производится электрическим током пробоя, проходящим в толще слоистой структуры по металлическим «островкам».

25 Изобретение поясняется чертежом, на котором показана прошивка наноотверстий в многослойной стеклометаллической структуре электрическим током пробоя, где

1 - металлическая подложка;

2 - слой окиси кремния;

30 3 - наноразмерный металлический слой;

4 - ток пробоя;

5 - игольчатый металлический электрод.

35 Сущность изобретения состоит в том, что на металлической подложке 1 последовательно с помощью напыления формируют систему чередующихся слоев окиси кремния 2 и тонкого наноразмерного (не толще 5 нм) металлического слоя 3, имеющего «островковую» структуру с размером «островков» 10-20 нм. В качестве металла, например, можно использовать хром. Процессы напыления повторяют многократно до тех пор, пока толщина слоистой структуры не достигнет величины не менее 50 мкм.

40 Для формирования («прошивки») наноотверстий над сформированной структурой располагают игольчатый металлический электрод 5. Создают между металлической подложкой 1 и электродом 5 разность потенциалов порядка 10-50 В, при которой между ними протекает ток, ограниченный величиной не более 1 А. При сканировании игольчатым электродом 5 по поверхности сформированной структуры на 1 см² образуется около 10⁹ наноотверстий диаметром 10-20 нм. Затем металлическую подложку 1 со сформированной слоистой структурой помещают в травитель, который растворяет металл подложки, не затрагивая стеклометаллическую структуру.

50 Полученную после полного стравливания подложки слоистую стеклометаллическую структуру в виде мембраны с наноотверстиями диаметром 10-20 нм, толщиной 50-100 мкм очищают от остатков растворителя, металлов подложки, а также восстановленного кремния, и используют в качестве наномембранного

фильтрующего элемента. Такая мембрана обладает достаточной механической прочностью для долговременного использования в фильтрах.

5 Стеклометаллические наномембранные фильтры обладают еще одним существенным преимуществом по сравнению с известными, использующими полимерные пленки. Оно состоит в возможности их регенерации путем отжига и/или обработкой активными химическими реактивами.

Формула изобретения

10 Способ изготовления наномембранных фильтров, заключающийся в том, что на поверхность металлической подложки напыляют пленку окиси кремния, на эту пленку напыляют нанометровый металлический слой толщиной не более 5 нм, затем процессы напыления повторяют многократно до тех пор, пока толщина слоистой
15 структуры не достигнет величины не менее 50 мкм, над сформированной структурой располагают игольчатый металлический электрод, создают между подложкой и электродом разность потенциалов, при которой между ними протекает ток, ограниченный величиной не более 1 А, сканируют игольчатым электродом по всей
20 необходимой площади поверхности структуры, затем подложку со сформированной слоистой структурой помещают в растворитель металла подложки, полученную после полного травливания подложки слоистую стеклометаллическую структуру в виде мембраны с нанодоверстиями очищают от остатков растворителя, металлов подложки, а также восстановленного кремния, и используют в качестве
25 наномембранного фильтрующего элемента.

30

35

40

45

50

