



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102665844 B

(45) 授权公告日 2015. 08. 05

(21) 申请号 201080045414. 6

B01D 36/00(2006. 01)

(22) 申请日 2010. 10. 07

B01D 39/00(2006. 01)

(30) 优先权数据

B01D 46/00(2006. 01)

12/576839 2009. 10. 09 US

(56) 对比文件

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

US 4168229 A, 1979. 09. 18,

2012. 04. 09

US 4168229 A, 1979. 09. 18,

(86) PCT国际申请的申请数据

US 3228527 A, 1966. 01. 11,

PCT/FI2010/050777 2010. 10. 07

CN 1788823 A, 2006. 06. 21,

(87) PCT国际申请的公布数据

US 6422396 B1, 2002. 07. 23,

W02011/042605 EN 2011. 04. 14

审查员 黄威

(73) 专利权人 阿斯特罗姆公司

地址 芬兰赫尔辛基

(72) 发明人 F. 潘格斯图 C. 施坦费尔

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公

司 72001

代理人 吕彩霞 杨思捷

(51) Int. Cl.

B01D 17/04(2006. 01)

C10G 33/06(2006. 01)

F02M 37/22(2006. 01)

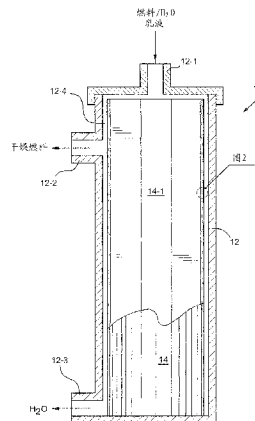
权利要求书2页 说明书19页 附图2页

(54) 发明名称

尤其可用于分离具有低界面张力的水-烃乳液的分离介质和方法

(57) 摘要

提供用于从水-烃乳液分离水的分离介质、分离模件和方法,包括:纤维性非织造聚结层,用于接收水-烃乳液和使其中存在的水作为非连续相聚结,获得尺寸为1mm或更大的聚结水滴;和位于聚结层下游的纤维性非织造液滴保持层,其具有至少90m²/g或更大的高BET表面积,足以保持聚结水滴的尺寸,使之能与烃分离。



CN 102665844 B

1. 用于从水-烃乳液分离水的分离介质,包括:
纤维性非织造聚结层,用于接收水-烃乳液和使其中存在的水作为非连续相聚结,以获得尺寸为 1 mm 或更大的聚结水滴;和
位于聚结层下游的纤维性非织造液滴保持层,其具有足以保持聚结水滴的尺寸以使之与烃分离的至少 90 m²/g 的高 BET 表面积。
2. 权利要求 1 的分离介质,其中液滴保持层具有至少 95 m²/g 的高 BET 表面积。
3. 权利要求 1 的分离介质,其中液滴保持层具有至少 100 m²/g 的高 BET 表面积。
4. 权利要求 1 的分离介质,其中液滴保持层包含具有 90 m²/g 或更大的高 BET 表面积的纤维和具有小于 90 m²/g 的低 BET 表面积的纤维的混合物。
5. 权利要求 1 的分离介质,其中液滴保持层包含树脂粘合剂。
6. 权利要求 1 的分离介质,其中树脂粘合剂包括极性化学基团。
7. 权利要求 1 的分离介质,其进一步包括至少一个与聚结层和液滴保持层之一相邻的附加层。
8. 权利要求 7 的分离介质,其中所述至少一个附加层位于聚结层和液滴保持层之间。
9. 权利要求 7 的分离介质,其中所述至少一个附加层位于聚结层上游。
10. 权利要求 7 的分离介质,其中所述至少一个附加层位于液滴保持层下游。
11. 用于从水-烃乳液分离水的方法,包括:
(a) 使水-烃乳液穿过纤维性非织造聚结层,以致使其中存在的水作为非连续相聚结,以获得尺寸为 1 mm 或更大的聚结水滴;和
(b) 使烃和聚结水滴穿过下游的液滴保持层,该液滴保持层具有足以保持聚结水滴的尺寸的至少 90 m²/g 的高 BET 表面积;和
(c) 从烃中分离出聚结水滴。
12. 权利要求 11 的方法,其中烃的界面张力(γ)小于 25 达因/厘米。
13. 权利要求 12 的方法,其中烃是包含表面活性剂的液体燃料。
14. 权利要求 13 的方法,其中液体燃料是包含生物柴油的燃料。
15. 权利要求 11 的方法,其中实施步骤(a)以便乳液中至少 90 wt. % 水聚结成液滴尺寸为 1 mm 或更大的水滴。
16. 权利要求 15 的方法,其中实施步骤(b)以便聚结水滴保持 1 mm 或更大的液滴尺寸。
17. 权利要求 11 的方法,其中步骤(c)的实施是通过使水滴与烃借助于二者间密度差而分离。
18. 用于从水-烃乳液分离水的分离模件,其包含:外壳和在外壳内的分离介质,所述外壳具有用于乳液的进口以及分别用于水和除水烃的出口,其中该分离介质包括:
纤维性非织造聚结层,用于接收水-烃乳液和使其中存在的水作为非连续相聚结,以获得尺寸为 1 mm 或更大的聚结水滴;和
位于聚结层下游的纤维性非织造液滴保持层,其具有足以使得聚结水滴以至少 1 mm 的聚结尺寸穿过液滴保持层从而使得聚结水滴能够在分离介质的下游侧与烃分离的至少 90 m²/g 的高 BET 表面积。
19. 权利要求 18 的模件,其中分离介质是大致圆柱形的,并且被接收在该外壳的内部

空间内。

20. 权利要求 19 的模件,其中该分离介质是褶裥式的。

21. 权利要求 19 的模件,其中该分离介质是螺旋卷绕的。

22. 权利要求 18 的模件,其中该纤维性非织造聚结层和纤维性非织造液滴保持层彼此直接相邻。

23. 权利要求 22 的模件,其中该纤维性非织造聚结层和纤维性非织造液滴保持层彼此物理层压或物理连接。

24. 权利要求 18 的模件,进一步包括位于纤维性非织造聚结层和纤维性非织造液滴保持层之间的至少一个中间层。

25. 权利要求 24 的模件,其中该至少一个中间层包括提供微粒过滤和 / 或结构支撑的层。

26. 权利要求 18 的模件,进一步包括至少一个位于聚结层上游的表面层。

27. 权利要求 26 的模件,其中该至少一个表面层包括提供微粒过滤和 / 或结构支撑的层。

28. 权利要求 18 的模件,进一步包括至少一个位于液滴保持层下游的衬里层。

29. 权利要求 28 的模件,其中该至少一个衬里层包括提供微粒过滤和 / 或结构支撑的层。

30. 权利要求 18 的模件,其中该分离介质将水从界面张力(γ)小于 25 达因 / 厘米的烃中分离。

31. 权利要求 30 的模件,其中该烃是含表面活性剂的液体燃料。

32. 权利要求 30 的模件,其中该液体燃料是包含生物柴油的燃料。

33. 权利要求 18 的模件,其中该纤维性非织造聚结层将乳液中至少 90 wt. % 的水聚结成液滴尺寸为 1 mm 或更大的水滴。

34. 权利要求 33 的模件,其中该烃具有小于 25 达因 / 厘米的界面张力(γ)。

35. 权利要求 18 的模件,其中水出口位于该模件的底端以使得水滴借助于二者间的密度差从烃中分离,并将分离的水滴排放通过其中。

尤其可用于分离具有低界面张力的水 - 烃乳液的分离介质和方法

[0001] 领域

[0002] 一般地,本文公开的实施方式涉及用于分离水 - 烃乳液的分离介质和方法。尤其优选地,本文公开的实施方式涉及从水 - 烃燃料(例如柴油机燃料)乳液分离水。

[0003] 背景

[0004] 分离水 - 烃乳液的需求是普遍存在的;一直以来影响着多个工业领域。水 - 烃乳液的分离常规上牵涉依赖于单或多元件、新流动型式、蒸馏室、平行金属板、取向纱、气侵机制和静电电荷的系统。其余分离系统使用包含纤维性多孔聚结介质的元件,乳液穿经所述聚结介质进行分离。不管系统设计如何,所有水 - 烃分离系统目标在于收集乳化液滴成紧密接近状态以促进聚结。聚结以及随后因水和烃间密度差进行的分离是所有分离系统幕后机理。

[0005] 常规已知的纤维性多孔聚结介质通过同样的一般机理以流动 - 穿过应用方式诱导乳液分离,不管乳液性质如何。聚结介质为乳液非连续相给予一在能量上不同于连续相的表面。因而,介质表面会与乳液连续相竞争乳液非连续或液滴相。当乳液接触到并通过聚结介质,液滴在固体表面和连续相间分配。吸附到固体介质表面的液滴沿着纤维表面移行,有时润湿纤维表面。当更多乳液流过介质,被吸附的非连续相遭遇其它与介质缔合的液滴,二者聚结。在乳液通过介质时,液滴迁移 - 聚结过程持续。

[0006] 因此,在如下情形中,聚结介质一般被认为成功用于打破给定乳液:如果非连续相优先吸附或被排斥,以及如果液滴相在介质出口已聚结成为尺寸足够大到能与连续相分离的液滴。一般,与连续相分离的液滴随所牵涉液体间的密度差而变。反之,在如下情形中,聚结介质被认为不能成功用于打破乳液:如果液滴在介质出口仍保持足够小的尺寸,以致它们被连续相带走而未能分离。

[0007] 当烃对水的界面张力(γ)为高于 25 达因 / 厘米时,常规纤维性多孔聚结介质已知能有效地从烃中移除超过 90 wt. % 的乳化水。如果烃显示烃 - 水界面张力低于 25 达因 / 厘米(俗称“亚 25 界面张力烃”),则水 - 烃乳液明显更粘滞,现有技术乳胶分离介质移除乳化水的能力显著地减小到致使 40 ~ 100 wt. % 乳化水能进入最终应用而未经移除。

[0008] 当烃中掺杂有表面活性剂时,烃界面张力降低。在这方面,现有技术纤维性多孔聚结介质在亚 25 界面张力烃中失败的一个根源在于表面活性的提高。在亚 25 界面张力烃情况中,乳胶分离要求更复杂的系统,经常牵涉嵌套的褶裥式元件、流程控制器、外罩和蒸馏室。现有技术提供了很多复杂系统的示例,很艰难地设法用来分离水 - 烃乳液。因此,面对如此复杂性,显然需要通用介质,其应能进行乳液分离,而无论烃 - 水界面张力或表面活性剂含量如何。

[0009] 常规纤维性多孔聚结介质的表面活性剂 - 去活化作用涉及液滴尺寸、液滴稳定性和表面。表面活性剂是同时包含亲水性和疏水性结构部分的分子。当存在于烃 - 水混合物中时,表面活性剂在界面排成一行,其亲水性头基与水相相缔合,疏水性尾部延伸到油相中。这是表面活性剂的最低能量构象,导致烃 - 水界面张力降低。由于界面张力降低,将给

定增长量的输入能量给予烃-水混合物,在表面活性剂存在下会导致更高的界面表面积。界面表面积与非连续相液滴尺寸成反比。因此,与不存在表面活性剂的情况相比,在表面活性剂存在下,给定增长量的输入能量会导致非连续相较小的液滴尺寸分布。在这方面,所有燃料-水分离介质依赖于水滴与介质间的物理相互作用来实现分离。表面活性剂缔造足够小的水滴,以致许多水滴穿过介质而不与之交会。表面活性剂还使乳液稳定而防止分离,从而冲撞介质的液滴很少会从燃料中分配到介质上。类似地,冲撞其它液滴的那些液滴抵制聚结成为成功分离所必需的更大液滴。最终,表面活性剂与介质和水滴表面缔合,妨碍介质与水间独特表面相互作用,从而使燃料内的水不稳定并产生分离。总之,将表面活性剂掺混入烃的结果是:现有技术纤维性多孔聚结介质去活化,以及水避免进入最终应用。

[0010] 随着柴油机燃料质量要求的变化,对能独立于烃界面张力而移除水的纤维性多孔聚结介质的需求变得实质上更加突出。在 2007 年重型公路柴油机规定(Heavy Duty Highway Diesel Rule)中,EPA 要求微粒(PM_{2.5})及氮氧化物(NO_x)排放分别减少 90% 和 92%,在 2010 年 NO_x 容许量另外再降 3%。在该要求颁布时,硫敏感性废气后处理被认为是满足 2007 年排放目标所必需的。结果,2007 年公路规定还要求柴油机燃料中硫含量降低 97% 至 15 ppm。所致超低硫柴油机燃料(ULSD)失去了它原来的润滑性,需要加入表面活性剂以满足发动机磨损控制的要求。ULSD 一致地对水呈现为亚 25 界面张力烃。EPA 所要求的柴油机燃料要求将级联非道路柴油机、轨道和船用燃料作为 EPA 多级排放控制手段的一部分,预示所有非汽油运输和发电燃料将来会聚焦于亚 25 达因/厘米界面张力。

[0011] 此外,在美国,多个政府管理机构已开始鼓励或干脆要求将最低生物柴油掺混组分用于商业运输燃料。生物柴油是脂肪酸甲酯掺混物,来源于植物和动物甘油三酯的由苛性碱催化的甲醇酯化。生物柴油是表面活性剂,含低至 2% 生物柴油的燃料掺混物的界面张力远低于 25 达因/厘米。结果,可用于非汽油运输和发电的燃料池正迅速转变成界面张力区,在该界面张力区中现有技术燃料-水乳胶分离介质没能从烃中移除水。

[0012] 不管燃料界面张力变化,水仍然是燃料污染物,牵涉腐蚀钢发动机部件和促进微生物生长。所有非汽油发动机在燃料系统中设置有燃料-水分离能力。此外,符合 EPA 2007 年公路规定的发动机排放很大程度上依赖于对水极端敏感的高压燃料喷射装置。这使得燃料除水具有更高的重要性,为了设计能满足 2007 年 EPA 排放要求(造成燃料质量系统性变化)的系统。发动机的燃油里程和操作者界面要求造成对小、轻和易操作水分离系统的需求。这些需求常常致使常规已知的复杂分离系统不可用。结果,燃料质量要求的变化引起了明确需求,需要能独立于烃界面张力而移除水的纤维性多孔聚结介质。

[0013] 新聚结介质的示例述于共同拥有的共同未决美国专利申请 No. 12/014, 864, 申请日为 2008 年 1 月 16 日,题名“Coalescence Media for Separation of Water-Hydrocarbon Emulsions”(其全文以引用方式明确地并入本文,下文注为“US '864 申请”)。这些介质实现高表面积,具有所需孔隙结构和渗透性,并且能有效地分离水和含表面活性剂烃的粘滞乳液诸如生物柴油-ULSD 掺混物而不使用复杂的分离系统。现有技术介质常常需要多层来影响单一的水-烃乳液分离功能,而在高表面活性剂含量、低界面张力烃中不保证成功分离。相比之下,美国专利申请 No. 12/014, 864 所述介质以单一干燥层由湿铺法形成,该湿铺法使用均匀分配的湿铺配料,所述配料包括纤维素或纤维素纤维合成纤维、高表面积原纤化纤维、玻璃微纤维和表面积提高性合成材料,所述介质在低界面张力烃中用单层过滤

介质成功地执行单一的水分离功能。

[0014] 典型地,任何纤维性多孔聚结介质构成多层介质结构的一部分,多层介质结构中的一些层执行除乳液分离以外的功能。在此情况下,层可以是或不是层压在一起的。使用多个层的理由可归因于介质完整性考虑和 / 或过滤需要。关于介质完整性,多层被用来支撑纤维性多孔聚结介质或复合结构,以保护纤维性多孔聚结介质避免高速旋转褶皱件,和保护最终应用时避免出现可能的纤维自其它介质层迁移。关于过滤需要,多层被用来为聚结性能增加过滤能力诸如粒子移除、污垢容纳或杂质吸附。杂质可以由沥青质、有机结构部分、盐、离子或金属组成。为实现过滤目标以及保护介质完整性,在多功能过滤介质中聚结介质下游面上的一层是必要的。

[0015] 将聚结介质并入多层多功能聚结介质结构(在聚结层下游面上存在一层)引起如下可能:在高表面活性剂(即,亚 25 界面张力)烃中因先前聚结液滴再乳化,介质可能失败。在这方面,聚结的水滴须足够大到能凭借密度差从烃流沉降出来,否则它们与干燥烃一起被带出分离装置并且在其中再乳化。因此,聚结介质必须用来将高表面活性剂含量的水-烃乳液中存在的微米尺寸小水滴增大到毫米尺寸的聚结水滴,该毫米尺寸的聚结水滴可从干燥烃流中以重量法沉降出来。

[0016] 基于上述理由,在高表面活性剂含量烃中,常规用在聚结层下游面上的介质可使多层介质中任何聚结层的性能显著降低。具体而言,位于聚结层下游面上的常规介质包括:酚醛树脂饱和的纤维素湿铺介质,聚酯熔喷、纺粘和熔喷-纺粘复合物,以及尼龙纺粘。这些常规介质可以并且是显著地降低高表面活性剂含量烃中聚结介质的聚结功能。例如,通过在聚结层下游使用上述常规介质可显现的性能下降可以是:由于先前聚结的水滴的液滴尺寸减小,约 50 ~ 100% 乳化水留在烃中并由此被带至烃的最终应用。

[0017] 因此,可取的是,新介质选择作为聚结介质下游面上所置的层,可执行必要的支撑和保护功能以及显示足够高的用于水吸附的表面积以使再乳化减至最少程度。在这方面,尤其可取的是,作为聚结层下游层的介质不仅发挥其传统的支撑和保护作用,而且与聚结层相比能提供更高的水吸附表面积。这样的下游层将用来扩展水可用流路,因此将诱导 Venturi 效应并且相对于烃降低水流速度。这样的速度降低接着会提高下游层内的水压,由此促使烃离开所述层。这些因素用来进一步从烃中分离水,由此促进水的进一步聚结。对于牵涉含表面活性剂烃的应用,这是高度可取的。因此,额外可取的是,开发能提供所需支撑和保护功能的介质,该介质置于多层聚结介质中聚结层下游面上,与聚结层内可用面积相比能提供更高的水吸附用表面积。

[0018] 本发明目标在于实现这样的可取特质。

[0019] 示范性实施方式汇总

[0020] 根据一个方面,本文公开的实施方式提供用于从水-烃乳液分离水的分离介质,包括:纤维性非织造聚结层,其用于接收水-烃乳液和使其中存在的水作为非连续相聚结,以获得尺寸为 1 mm 或更大的聚结水滴;和位于聚结层下游的纤维性非织造液滴保持层,其具有足以保持聚结水滴的尺寸以使之与烃分离的至少 90 m²/g 或更大的高 BET 表面积。

[0021] 在某些优选形式中,分离介质的液滴保持层具有至少 95 m²/g、更优选至少 100 m²/g、或更大的高 BET 表面积。

[0022] 液滴保持层可包含高 BET 表面积纤维和低 BET 表面积纤维的混合物,和 / 或可包

含树脂粘合剂。如果提供树脂粘合剂,它最优选包括极性化学基团。

[0023] 根据某些实施方式,分离介质可包含至少一个附加层,位于聚结层和液滴保持层之间。例如,至少一个附加层可位于液滴保持层的上游和/或下游,为分离介质提供期望的物理特性。

[0024] 提供用于从水-烃乳液分离水的模件可具有外壳,外壳上装备有用于乳液的进口以及分别用于水和除水烃的出口,所述外壳在其中装备有分离介质。所述外壳中装备的分离介质优选包括:纤维性非织造聚结层,其用于接收水-烃乳液和使其中存在的水作为非连续相聚结,以获得尺寸为 1 mm 或更大的聚结水滴;和位于聚结层下游的纤维性非织造液滴保持层,其具有足以保持聚结水滴的尺寸以使之与烃分离的至少 90 m²/g 或更大的高 BET 表面积。

[0025] 根据又一个方面,本文公开的实施方式提供用于从水-烃乳液分离水的方法,通过如下方式进行:使水-烃乳液穿过纤维性非织造聚结层,以致使其中存在的水作为非连续相聚结,获得尺寸为 1 mm 或更大的聚结水滴;和然后使烃和聚结水滴穿过下游的液滴保持层,该液滴保持层具有足以保持聚结水滴的尺寸的至少 90 m²/g 或更大的高 BET 表面积。聚结水滴然后可与烃分离(例如,借助于二者间的密度差)。优选地,借助于聚结层,乳液中至少 90 wt.% 水聚结成尺寸为 1 mm 或更大的水滴。

[0026] 在优选实施方式中,烃的界面张力(γ)小于 25 达因/厘米(即,亚 25 烃)。烃可因此是包含表面活性剂的液体燃料(例如,生物柴油燃料)。

[0027] 附图简述

[0028] 参照以下示例性的非限制性的说明性实施方式结合附图,这些及其它特征和优点将得以更好和更充分的理解,在附图中:

[0029] 图 1 是实施本发明分离介质的水-烃分离系统的示意剖视图;和

[0030] 图 2 是沿图 1 中线 2-2 选取的本发明分离介质示范性实施方式的放大示意剖视图。

[0031] 定义

[0032] 在本文和所附权利要求书中使用时,下列术语意在具有如下定义。

[0033] “水-烃乳液”是不混溶的水和烃液体的乳化混合物。

[0034] “纤维”意指具有极限或无限长度的纤维状或丝状线材。

[0035] “切断纤维”意指纤维,其被切成有限的相对短节段,具有预定的个体长度。

[0036] “纤维性”意指主要由纤维和/或切断纤维组成的材料。

[0037] “非织造”意指在网或毡片中彼此间随机机械联锁和/或缠结的纤维和/或切断纤维集合。

[0038] “合成纤维”和/或“人造纤维”指的是由成纤物质制成的化学纤维产品,成纤物质包括从化合物合成的聚合物以及经改性或转化的天然聚合物。这样的纤维可通过常规的熔纺、溶液纺丝和似长丝生产技术生产。

[0039] “天然纤维”是从动物、矿物或植物来源获得的纤维。

[0040] “BET 表面积”意指一般根据布鲁厄-埃米特-特勒(Brunauer-Emmett-Teller, BET)方法学计算出的固体材料每单位重量(g)的表面积(m²),BET 方法学更完整地述于 S. Brunauer 等, J. Am. Chem. Soc., 1938, 60, 309(其全文以引用方式明确地并入本文),

不过使用 21℃ 水蒸汽。(也参见以下实施例中试验方法的描述。)

[0041] “高 BET”意指材料的 BET 表面积为 90 m²/g 或更大,更优选 BET 表面积为 95 m²/g 或更大,最优选 BET 表面积为 100 m²/g 或更大。

[0042] “低 BET”意指材料的 BET 表面积小于 90 m²/g。

[0043] “亚 25 烃”是界面张力(γ)小于 25 达因/厘米的液体烃。

[0044] 详细说明

[0045] 附图 1 示意地描述一实施本发明的示例性模件 10。在这方面,模件 10 装备有外壳 12,该外壳 12 具有进口 12-1,燃料-水乳液的液体流可经该进口引入。外壳 12 还包括出口 12-2 和 12-3,分别使除水(干燥)燃料和水流能在分离后从外壳排出。

[0046] 外壳 12 包括内部空间 12-4,用于容纳分离介质 14。在所述实施方式中,分离介质 14 是大致圆柱形结构,包括许多纵向取向的褶裥。其它结构形式的分离介质 14 当然是可能的,例如,螺旋卷绕片。燃料/水乳液由此进入介质 14 的芯 14-1,然后由其中穿过。众所周知,由于密度差,聚结水在外壳底部集中,从那里经出口 12-3 排出。除水(干燥)燃料接着经由出口 12-2 排出。

[0047] 也许更好地如附图 2 所示,分离介质 14 是多层结构,至少包括位于纤维性非织造液滴保持层 18 上游的纤维性非织造聚结层 16。聚结层 16 和液滴保持层可彼此直接相邻,如合乎需要可彼此物理层压或物理连接(例如,借助于任何本领域已知的适宜技术诸如针刺、粘合剂、空气喷射缠结等)。或者,一或多个中间层 20 可任选地插入到上游聚结层 16 和下游液滴保持层 18 之间。各层 16、18 和任选 20 可同样地彼此物理相邻,或者可借助于任何本领域已知的适宜技术彼此层压或不然连接。

[0048] 附加地(或替代地),一或多个表面层 22 可装备在聚结层 16 上游,同时一或多个衬里层 24 可装备在液滴保持层 18 下游。针对不同的功能特质对层 20、22 和 24 进行选择,不必是非织造结构。当然,这样的附加层 20、22 和 / 或 24 决不能不利地影响液滴保持层 18 的液滴保持功能。

[0049] 聚结介质层可以是单层或多层结构。一优选的实施方式是三层结构,具有上游层、中间位置的聚结层和下游的液滴保持层。液滴保持层可与聚结介质层层压成为单一分离介质片。上游层可以是过滤层或者第二聚结介质层。上游介质层优选装备用于粒子过滤和 / 或支撑结构和 / 或物理保护液滴保持层 18。试验表明,上游非织造特性对复合材料的聚结性能产生一些影响。这里报告的结果包括含五个分离上游支撑层的样品。上游层被选择用于最大化聚结液滴尺寸和特定过滤需要,诸如污垢容纳量、沥青质吸附和粒子移除效率。

[0050] 分离介质 14 的聚结层 16 可以是任何适宜的类型。在这方面,聚结层被选择用以使 0.01 ~ 500 微米级的燃料-水乳液的水性非连续相聚结成为离散水滴,该离散水滴尺寸为至少约 1 毫米直至约 10 毫米。水性非连续相这样聚结成为离散水滴是发生在乳液穿过聚结层 16 时。

[0051] 聚结层 16 存在高表面积用于吸附水,与其它乳液组分相比,为水创造了较长的通路长度。该通路长度差异演绎为水和其他乳液组分不同的洗脱时间,导致相富集和水聚结。随着流离开介质下游面,聚结水滴以重量法从流中沉降出来,这时水从乳液中分离。发生沉降是由于水比烃密度大。为了在流动系统中有效地沉降,聚结水滴常常必须克服在很多情况下与水滴运动相反的纯化烃流动。因而,水滴尺寸对于聚结介质的成功是关键。较大的

水滴促成成功的分离。一个可令人满意地用作聚结层 16 的特别优选介质述于上面引用的 US ' 864 申请。

[0052] 液滴保持层 18 是纤维性非织造材料,具有高 BET 表面积,也就是,至少 80% BET 表面积为 $90 \text{ m}^2/\text{g}$ 或更大,更优选 BET 表面积为 $95 \text{ m}^2/\text{g}$ 或更大,最优选 BET 表面积为 $100 \text{ m}^2/\text{g}$ 或更大。液滴保持层的主要功能是防止由上游聚结层 16 获得的聚结水滴再乳化,尤其在亚 25 烃情况下。由此,在穿过液滴保持层 18 后,聚结水滴将保持其至少 1 毫米或更大的聚结尺寸。换句话说,液滴保持层 18 防止由聚结层 16 获得的聚结水滴尺寸缩小。

[0053] 在这方面,液滴保持层可实质上由具有或可经改性具有高 BET 表面积的任何纤维形成。特别优选的用以形成液滴保持层的纤维是天然纤维,诸如纤维素或纤维素基纤维(例如,木材或植物来源的纤维)、棉纤维、羊毛纤维、丝纤维、螺萦纤维等。由成纤聚合物材料形成的合成纤维也可使用,诸如由聚酯、聚酰胺(例如尼龙 6、尼龙 6,6、尼龙 6,12 等)、聚烯烃、聚四氟乙烯和聚乙烯醇形成的纤维。

[0054] 在某些实施方式中,液滴保持层 18 可以是高 BET 表面积纤维和低 BET 表面积纤维的混合物。在这些实施方式中,优选的是,高 BET 表面积纤维的含量为至少约 59 wt. %,更优选至少约 65 wt. % 的高 BET 表面积纤维,其余是低 BET 表面积纤维。由此,液滴保持层 18 包含约 59 wt. % ~ 100 wt. %、优选约 65 wt. % ~ 100 wt. % 的高 BET 表面积纤维。然而,应当理解,这些范围是目前优选的本发明实施方式,因为实质上任何高低 BET 表面积纤维混合物可令人满意地使用,只要整个非织造介质显示出高 BET 表面积性质即可。

[0055] 液滴保持层 18 可任选地装备有粘合剂树脂以便赋予更高机械强度,条件是树脂不能不利地影响非织造液滴保持层 18 的 BET 表面积。如果使用,粘合剂树脂优选具有极性化学基团,以促进水吸附和由此水自乳液的分离。可令人满意地用于液滴保持层的适宜粘合剂树脂包括但不限于:酚醛树脂、聚碳酸酯树脂、聚(丙烯酸)树脂、聚(甲基丙烯酸)树脂、多氧化物树脂、多硫化物树脂、聚砜树脂、聚酰胺树脂、聚酯树脂、聚氨酯树脂、聚酰亚胺树脂、聚(乙酸乙烯酯)树脂、聚(乙烯醇)树脂、聚(氯乙烯)树脂、聚(乙烯基吡啶)树脂、聚(乙烯基吡咯烷酮)树脂、以及其共聚物和组合或掺混物。

[0056] 液滴保持层可使用本领域技术人员熟知的技术穿孔或图案化(压花)。替代地或附加地,液滴保持层可经其他适宜的技术处理以实现适于其预定最终应用用法的形式。例如,液滴保持层可经起皱、绉纱、研光、印刷、micrexed 等。

[0057] 聚结层 16 和液滴保持层的基重不是关键。因此,聚结层 16 和 / 或液滴保持层 18 的基重可为至少约 15 克 / 平方米(gsm),更优选至少约 35 gsm ~ 约 300 gsm。聚结层 16 的一些实施方式的基重可为约 35 ~ 约 110 gsm。

[0058] 任选的一或多个中间层 20 和表面层 22、24 可以是选取用于期望功能的任何片样材料。例如,层 20、22 和 / 或 24 可进行选择,以便除提供聚结层 16 和 / 或液滴保持层 18 的结构支撑和 / 或保护外附加地或替代性地提供微粒过滤。因此,层 20、22 和 / 或 24 不必由纤维材料形成,但可以是能实现期望功能的聚合或金属片或网。无需多说,本领域技术人员可以预见各种具有给定最终应用用法所期望的功能特质的多层结构,只要水能够从水 - 燃料乳液分离即可。

[0059] 以下列非限制性实施例进一步举例说明本发明。

实施例

[0060] 试验方法

[0061] 使用以下程序,经由重量测量各下游层对水的吸收,确定用于 BET 法应用的吸附等温线。

[0062] 1. 惰性气氛室的内部在 21℃ 恒温下通过暴露于具有已知相对蒸汽压的饱和盐溶液而平衡至恒定相对湿度。在该室内维持毫克敏感的平衡。

[0063] 2. 将下游层样品引入室,每日称重直至观察不到重量变化。这一般占用 1~2 个星期。记录样品的最终重量。

[0064] 3. 饱和盐溶液替换为不同已知相对湿度的新溶液,重复平衡 / 称重方法。

[0065] 4. 总共使用五个饱和盐溶液,在下表中同相应的室相对湿度一起示出。

[0066]

盐溶液	相对湿度
氯化锂	0.16
氯化镁	0.36
碳酸钾	0.55
溴化钠	0.64
氯化钾	0.88

[0067] 5. 当第五个盐测量完成时,下游层样品从室中移出,在 175℃ 烘箱中干燥 5 分钟,称重。

[0068] 6. 各相对湿度下各样品上吸附水的重量由各相对湿度下室内样品重量与烘干样品重量之间的差值算出。

[0069] 7. 对各下游层样品,步骤 1-6 平行三次。

[0070] 8. 在所有情况中,氯化钾所得数据在 BET 图表中产生非线性特性,被排除用于表面积计算。

[0071] 分离介质测试

[0072] 三层复合材料作为分离介质被测试从水 - 烃燃料的液体乳液分离水的情况,依相对于乳液流向的顺序,该三层复合材料包含上游层(UL)、聚结层(CL)和下游层(DL)。在实施例中用作上游层(UL)、聚结层(CL)和下游层(DL)的介质在下表 1、2 和 3 中分别通过代码标识。

[0073] 表 1 - 上游层代码

[0074]

代码	描述
UL1	TRINITEX [®] 湿铺三层合成过滤介质(Ahlstrom 公司)
UL2	酚醛树脂饱和和纤维素 - 玻璃湿铺、高粒子移除效率燃料过滤介质(Ahlstrom 公司)
UL3	疏水性酚醛树脂饱和和纤维素 - 玻璃湿铺、高粒子移除效率燃料过滤 / 水分离介质(Ahlstrom 公司)
UL4	酚醛树脂饱和和纤维素 - 玻璃湿铺、沥青质吸附过滤介质(Ahlstrom 公司)
UL5	酚醛树脂饱和和纤维素 - 玻璃湿铺、大容量、高粒子移除效率润滑油过滤介质(Ahlstrom 公司)

[0075] 表 2 - 聚结层代码

[0076]

代码	描述
CL1	27.0 wt% B-玻璃,0.40 微米直径 ;44.1 wt% 原生针叶材硫酸盐浆纤维 ;18.3 wt.% 原纤化莱赛尔纤维素纤维 ;0.5 wt.% 聚酰胺-表氯醇 (PAE) 树脂 ;和 0.2 wt.% 聚丙烯酰胺,6% Lubrizol Hycar 26138 改性丙烯酸聚合物,4% 明矾
CL2	30.0 wt% B-玻璃,0.65 微米直径 ;49.0 wt% 原生针叶材硫酸盐浆纤维 ;20.3 wt.% 原纤化莱赛尔纤维素纤维 ;0.5 wt.% 聚酰胺-表氯醇 (PAE) 树脂 ;和 0.2 wt.% 聚丙烯酰胺 (US '864 申请的实施例 2)
CL2P	除在造纸机而非实验室设备上生成外,与样品 CL2 相同

[0077]

表3 - 下游层代码

DL 标识	产品名称	基重 (g/m ²)	穿孔图案	配料组分 (%)							树脂		BET 表面积 (m ² /g)
				纤维素	螺萦	莱赛尔	PP	PE	尼龙	类型	数量 (wt%)		
BH	Ahlistrom 2P-96 Cerex	116	无	100	-	-	-	-	-	-	PF	22.5	89
A	高级织物 Cerex 23	10	无	-	-	-	-	-	100	-	-	-	85
E	Fiberweb Reemay 2250	17	无	-	-	-	-	100	-	-	-	-	3
BC	Ahlistrom FF 34/1900 PBT PB SM Johns Manville JM	34	无	-	-	-	-	100	-	-	-	-	3
BD	6014011	42	无	-	-	-	-	100	-	-	-	-	9
BE	Fiberweb Reemay	46	无	-	-	-	-	100	-	-	-	-	5

[0078]

	2016																	
BF	Ahlstrom 25613 Cerex 高级织物	80	无	-	-	-	-	-	-	100	-	-	-	-	-	-	-	36
BG	Spectrama x 102	102	无	-	-	-	-	-	-	-	100	-	-	-	-	-	-	76
D	Ahlstrom EX-180	44	穿孔	-	100	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	丙烯酸 系 (50%) + PVA (50%)	16.3	167
AQ	Ahlstrom EX-182	44	穿孔	-	100	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	丙烯酸 系 (50%) + PVA (50%)	12	168
AY	Ahlsitrom SX-159	61	24目	-	-	70	-	-	30	-	-	-	-	-	-	PVA	1.2	114
AZ	Ahlstrom SX-555	61	FT-10	-	0-35	35-70	-	-	30	-	-	-	-	-	-	PVA	2.2	113
V	Ahlstrom 269	68	24目	-	0-35	35-70	-	-	30	-	-	-	-	-	-	PVA	1.5	116
C	Ahlstrom 268B	68	FT-10	-	-	70	-	-	30	-	-	-	-	-	-	PVA	2.0	127
J	Ahlsitrom SX-71	40	无	-	100	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	206
K	Ahlstrom SX-6	40	无	-	-	-	-	-	100	-	-	-	-	-	-	-	-	<1
L	Ahlstrom SX-441	40	无	-	-	50	-	-	50	-	-	-	-	-	-	-	-	89

[0079]

M	Ahistrom SX-712	40	无	-	-	30	-	70	-	-	-	51
N	Ahistrom SX-362	40	无	-	-	65	-	35	-	-	-	109
R	Ahistrom 149075	54	无	-	70	-	30	-	-	-	-	136
S	Ahistrom 200	55	无	-	25-50	25-0	-	50	-	-	-	85
W	Ahistrom 11222	55	无	80	20	-	-	-	-	-	-	139
Y	Ahistrom SX-329	60	无	-	80	-	-	20	-	-	-	153
AE	Ahistrom 278	78	无	-	70	-	-	30	-	-	-	137
AG	Ahistrom SX-374	80	无	-	60	-	-	40	-	-	-	131
AH	Ahistrom SX-371	80	无	-	80	-	-	20	-	-	-	167
AI	Ahistrom SX-220	80	无	-	-	-	-	100	-	-	-	4
AJ	Ahistrom SX-705	80	无	-	-	70	-	30	-	-	-	119
AK	Ahistrom 160020	81	无	-	100	-	-	-	-	-	-	204
AL	Ahistrom SX-55	81	无	-	100	-	-	-	-	-	-	192
AM	Ahistrom 140300	81	无	-	70	-	-	30	-	-	-	133
AN	Ahistrom SX-602	90	无	-	-	100	-	-	-	-	-	170

[0080]

AO	Ahlsstrom SX-617	105	无	70	.	30	121
AP	Ahlsstrom SX-570	107	无	100	171

注释：
 PP = 聚丙烯
 PE = 聚酯
 PF = 酚醛
 PVA = 聚乙烯醇

[0081] 也针对一或多个功能特质对所测三层复合材料中采用的层进行选择,所述功能特质由下表 4 中的功能代码标识:

[0082] 表 4

[0083]

功能代码	描述
1	复合材料支撑
2	粒子过滤
3	水聚结
4	液滴保持
5	聚结层保护
6	避免纤维迁移的最终应用保护

[0084] 样品在模仿汽车工程师学会(Society of Automotive Engineers, SAE) J1488 试验的平片燃料-水分离器实验室小型试验设备中进行测试。试验设备由乳化回路和试验回路组成。使用节流至 7.6 LPM 流速的 Gould 氏 1MC1E4C0 机械偶联 0.75 kw 离心泵(3.18 (i) x 2.54 (o) x 13.18 (imp.) cm), 将 0.25% (2500 ppm) 蒸馏去离子水在 26 ~ 30°C 乳化进燃料。所得燃料-水乳液流经乳化回路, 该乳化回路令乳液穿过热交换器和净化过滤器组, 然后令干燥燃料返回到贮槽。在 B40 (40% 生物柴油 /60% ULSD) 中进行的试验中, 使用串联运行的四常规分离过滤器组将燃料干燥至 500 ~ 1500 ppm 水。

[0085] 一乳液支流从乳化回路流出, 进入试验回路。在试验回路中, 乳液以 1.22 cm/min 迎面速度穿过平片样品夹持器。离开样品夹持器的物质被送回到热交换器上游的乳化回路。所有上游乳液输送管线的直径足够小, 以便超出 SAE J1488 速度目标。试验持续 90 或 150 分钟, 以交替 10 分钟间隔对上游 / 下游和贮槽取样。

[0086] 实施例测试所用的乳液是超低硫柴油(ULSD) 2D 型, 来自 BP Products, NA, Naperville, IL。生物柴油是豆油脂肪酸甲酯, 获自 Renewable Energy Group, Ralston, IA。所用掺混物是 40wt% 生物柴油于 ULSD 中。遵照产业命名法, 所得掺混物称为 B40。蒸馏水, 3.4 umho/cm, 是超值瓶装无钠蒸馏水, 可购自 Wal-Mart USA。

[0087] 乳液样品在 Cole Parmer 超声波浴槽 #08895-04 型中均质化至少一分钟。水含量使用 Mettler Toledo D39 型 Karl Fischer 滴定仪测量, 以百万分率(ppm) 报告。下游试验室内的测量尺用来测量离开介质的水滴的尺寸。

[0088] 两个性能量度用来评判聚结介质的水分离能力: 下游水浓度和聚结水滴尺寸。下游水浓度由来自多层介质下游面的接收流中收集的燃料样品的 Karl Fischer 滴定测出。它测量聚结层下游燃料中的水量, 以百万分率(ppm) 表示, 基于质量计。显然, 滴定水含量越低对应于除水性能越好。然而, 就下游层性能而论, 下游水浓度是次要的性能量度。事实就是这样, 因为下游层工作是在 B40 中使用极端有效的聚结层来进行的。在 B40 掺混物中, 此聚结层的水浓度一般为 400 ~ 600 ppm。下游非织造层不会显著地提高此聚结层期望的水浓度。并且, 生物柴油掺混物中的 Karl Fischer 滴定法具有显著差异。一般地, 当滴定浓度升至高于 800 ppm, 下游层被认为对下游水浓度具有负面影响。下游水浓度在这里报告的 90 分钟试验的第 10 和 90 分钟进行测量。

[0089] 任何聚结层的成功依赖于在介质下游面上以重量法从燃料逆流中落下的聚结水滴。许多聚结过滤元件在聚结元件下游面上产生高速燃料流。聚结水滴必须足够大以便从高速流中沉降出来; 否则, 它们将被带进接收件, 并再夹带在燃料中。这样的再夹带导致介质聚结水的失败, 因为水出现在下游燃料样品 Karl Fischer 滴定中。因而, 与产生 0.1 mm 液滴的介质相比, 产生 1.0 mm 液滴的介质是更好的聚结介质。更进一步, 与产生 1.0 mm 液

滴的介质相比,产生 3.0 mm 液滴的介质更好。最后,如下介质被认为最佳:其不产生液滴而是产生一道水流流到介质表面下或流到介质中心下;其之所以最佳是因为在高速燃料流中没有液滴可被用来扫除。直径小于 1.0 mm 的液滴在喷气式发动机燃料应用中被称作“安琪儿”(angel)。此类安琪儿在喷气式发动机燃料聚结元件“干燥面”上的出现是元件失败的标志。

[0090] 传统上,聚结介质还被发现在下游面上产生泡沫。泡沫的产生不利于水的分离。泡沫由富燃料水组成,比水密度更低且体积更大。结果,它抵制成功除水所需的压缩和沉降。泡沫填充下游空间,最终轻易地被带入燃料接收件,使水再夹带进燃料。

[0091] 对根据实施例测试的三层层压介质设置液滴尺寸目标为 1.0 mm 和更大。这一界限是基于如下:在没有下游层的情况下,实施例所用聚结层通常产生的聚结水滴尺寸为 1.0 ~ 1.7 mm。持续出现 <1.0 mm 液滴以及泡沫的产生被认为是失败特征。没有液滴以及产生一道水流流到介质表面下则被认为是合格特征,因为没有液滴可被用来扫入接收件。水滴尺寸在实施例所用 90 分钟试验的第 10 和 90 分钟利用目测检查进行测量。

[0092] 测试结果示于下表 5 中。

[0093]

表5

复合材料介质描述			平片SAE J1488中的复合材料介质性能					液滴保持层结果	DL BET 表面积 (m ² /g)
UL ¹ 功能 ² 1, 2	CL ³ 功能 ³	DL ⁵ 功能 ⁵ 1, 4, 5, 6	测试时间的液滴尺寸 (mm)		测试时间的 水浓度 (ppm)		水流		
			10 分钟	90 分钟	10 分钟	90 分钟			
UL2	CL2P	无	NA	1.0-1.7 ⁷	499	530	无, 仅液滴	NA	
UL2	CL2P	BH	0.1-0.8 ⁸	0.1-0.8	315	381	无, 仅液滴	-	
UL1	CL1	A	0.1-0.8	0.1-0.8	484	655	无, 仅液滴	-	
UL1	CL2	E	0.1-0.8	0.1-0.8	644	1053	无, 仅液滴	-	
UL2	CL2P	BC	0.1-0.8	0.1-0.8	679	931	无, 仅液滴	-	
UL2	CL2P	BD	0.1-0.8	0.1-0.8	739 ⁹	880	无, 仅液滴	-	
UL2	CL2P	BE	0.1-0.8	0.1-0.8	541 ⁹	647	无, 仅液滴	-	

[0094]

UL2	CL2P	BF	2	0.1-0.8	0.1-0.8	659	1009	无, 仅液滴	-	36
UL2	CL2P	BG	2	0.1-0.8	0.1-0.8	390	445	无, 仅液滴	-	76
UL1	CL1	D	1	NA	2.0-6.5	480	527	有, 带液滴	有	167
UL1	CL2P	D	1	2.5-3.0	2.5-3.0	491	527	无, 仅液滴	有	167
UL1	CL2P	AQ	1	NA	3.5-4.0	475	550	有, 带液滴	有	168
UL2	CL2P	AQ	1	NA	3.0-4.5	514	510	有, 带液滴	有	168
UL3	CL2P	AQ	1	2.0-2.5	3.5-4.5	442	537	有, 带液滴	有	168
UL2	CL2P	AQ	2	1.0	1.0-3.0	391	522	无, 仅液滴	有	168
UL2	CL2P	AY	2	1.2-1.5	1.0-1.2	177	269	无, 仅液滴	有	114
UL2	CL2P	AZ	2	1.5	1.0-1.3	184	248	无, 仅液滴	有	113
UL2	CL2P	V	2	1.0	1.0-1.2	707	791	无, 仅液滴	有	116
UL1	CL1	C	1	NA	1.5-3.0	465	528	无, 仅液滴	有	127
UL2	CL2P	J	2	1.0	1.5-2.5	287	534	无, 仅液滴	有	206
UL2	CL2P	K	2	0.1-0.7	0.1-0.7	423	734	无, 仅液滴	-	< 1
UL2	CL2P	L	2	0.1-1.2	0.1-1.2	461	509	无, 仅液滴	-	89

[0095]

UL2	CL2P	M	2	0.1-1.0	0.1-1.0	505	578	无, 仅液滴	-	51
UL2	CL2P	N	2	1.0	0.8-1.5	732	794	无, 仅液滴	有	109
UL1	CL2P	R	1	1.0-1.3	1.0-1.5	487	505	无, 仅液滴	有	136
UL1	CL2	S	1	NA	0.1-2.0	454	515	无, 仅液滴	-	85
UL2	CL2P	S	2	0.5-1.4	0.5-1.2	230	277	无, 仅液滴	-	85
UL1	CL2	W	1	无液滴	无液滴	510	530	有, 无液滴	有	139
UL2	CL2P	Y	2	1.0	1.0-1.2	408	510	无, 仅液滴	有	153
UL2	CL2P	AE	1	无液滴	无液滴	455	528	有, 无液滴	有	137
UL2	CL2P	AE	2	3.0	3.0-5.5	373	513	无, 仅液滴	有	137
UL2	CL2P	AG	2	2.0	1.5-2.0	390	543	无, 仅液滴	有	131
UL2	CL2P	AH	2	1.0-1.2	1.0-1.2	424	509	无, 仅液滴	有	167
UL2	CL2P	AI	2	0.1-0.7	0.1-0.7	386	579	无, 仅液滴	-	4
UL2	CL2P	AJ	2	1.5-2.0	1.0-2.0	396	502	无, 仅液滴	有	119
UL1	CL2P	AK	1	无液滴	无液滴	509	537	有, 无液滴	有	204

[0096]

UL2	CL2P	AK	2	无液滴	无液滴	369	515	有, 无液滴	有	204
UL4	CL2P	AK	2	无液滴	无液滴	440	510	有, 无液滴	有	204
UL5	CL2P	AK	2	无液滴	无液滴	443	517	有, 无液滴	有	204
UL2	CL2P	AL	2	无液滴	无液滴	465	529	有, 无液滴	有	192
UL2	CL2P	AM	2	1.0-2.0	2.0-2.5	419	511	无, 仅液滴	有	133
UL2	CL2P	AN	2	2.0	no drops	396	503	有, 无液滴	有	170
UL2	CL2P	AO	2	1.5-2.0	1.0-2.5	473	534	有, 带液滴	有	121
UL2	CL2P	AP	2	无液滴	无液滴	383	557	有, 无液滴	有	171

1 表1中定义的上游层代码

2 表4中定义的层功能代码

3 表2中定义的聚结层代码

4 层压方法: 1=层与织网粘合剂一起在205℃加热板上压制; 2=层和织网粘合剂在205℃烘箱中用5.0 kg砝码在弯曲表面上拉伸

5 表3中定义的下游层介质代码

7 液滴尺寸在第60分钟测量, 第90分钟无可用数据

8 试验在20%生物柴油(B20)中进行, 与B40相比, B20是苛刻度较低的燃料掺混物

9 滴定在第30分钟进行, 第10分钟无可用数据

[0097] 如表 5 中数据显示,那些具有高 BET 表面积的下游层(DL)中介质显示出液滴保持层性能特征。具体而言,BET 表面积为至少 $90 \text{ m}^2/\text{g}$ 或更大的 DL 介质足以保持通过聚结层(CL)聚结的水滴的 1 mm 或更大的尺寸。

[0098] 尽管结合目前被认为最实际和优选的实施方式对本发明进行了描述,但应理解,本发明不局限于所公开的实施方式,而是相反地意在包括本发明精神和范围内所涵盖的各种变型和等价方案。

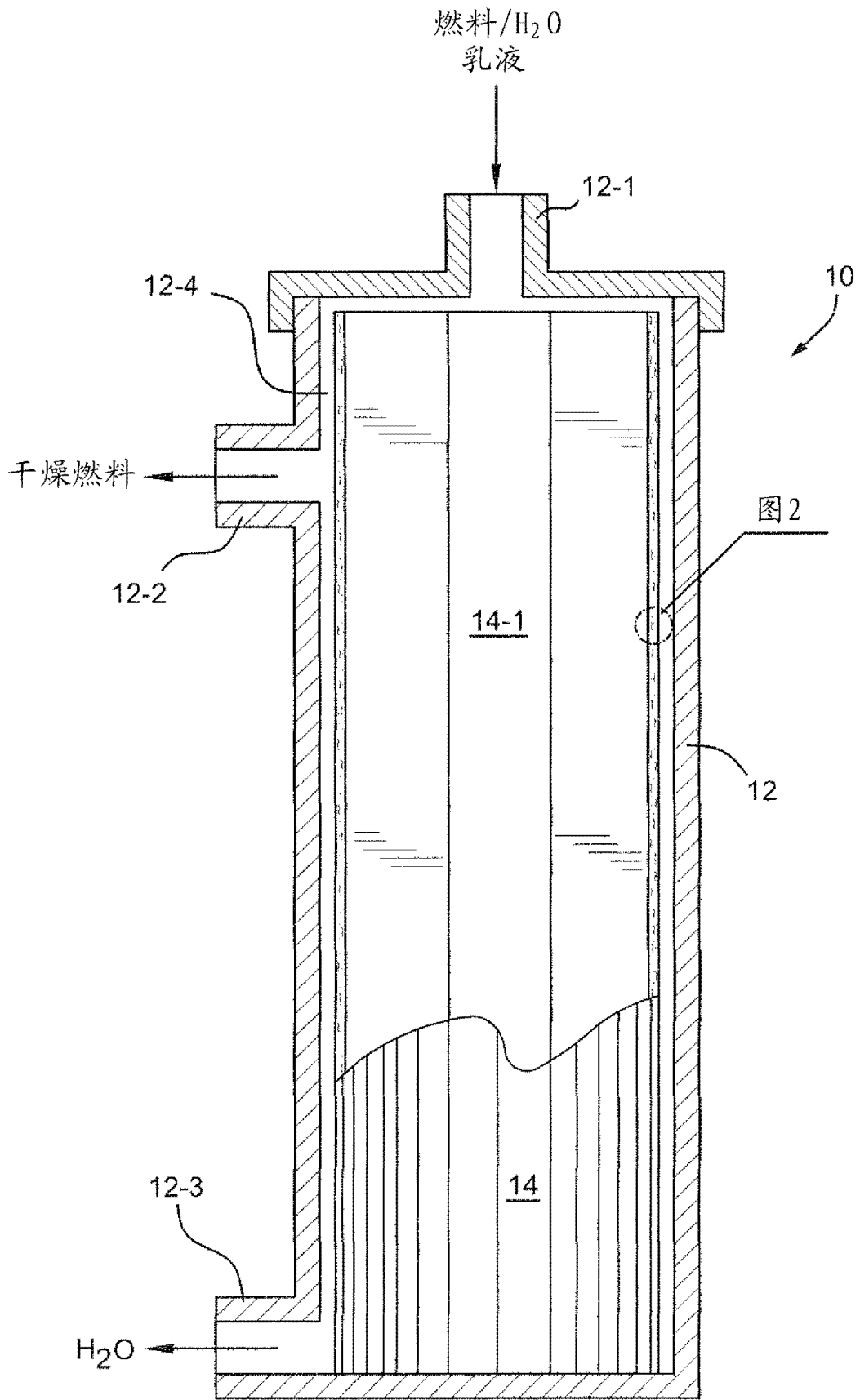


图 1

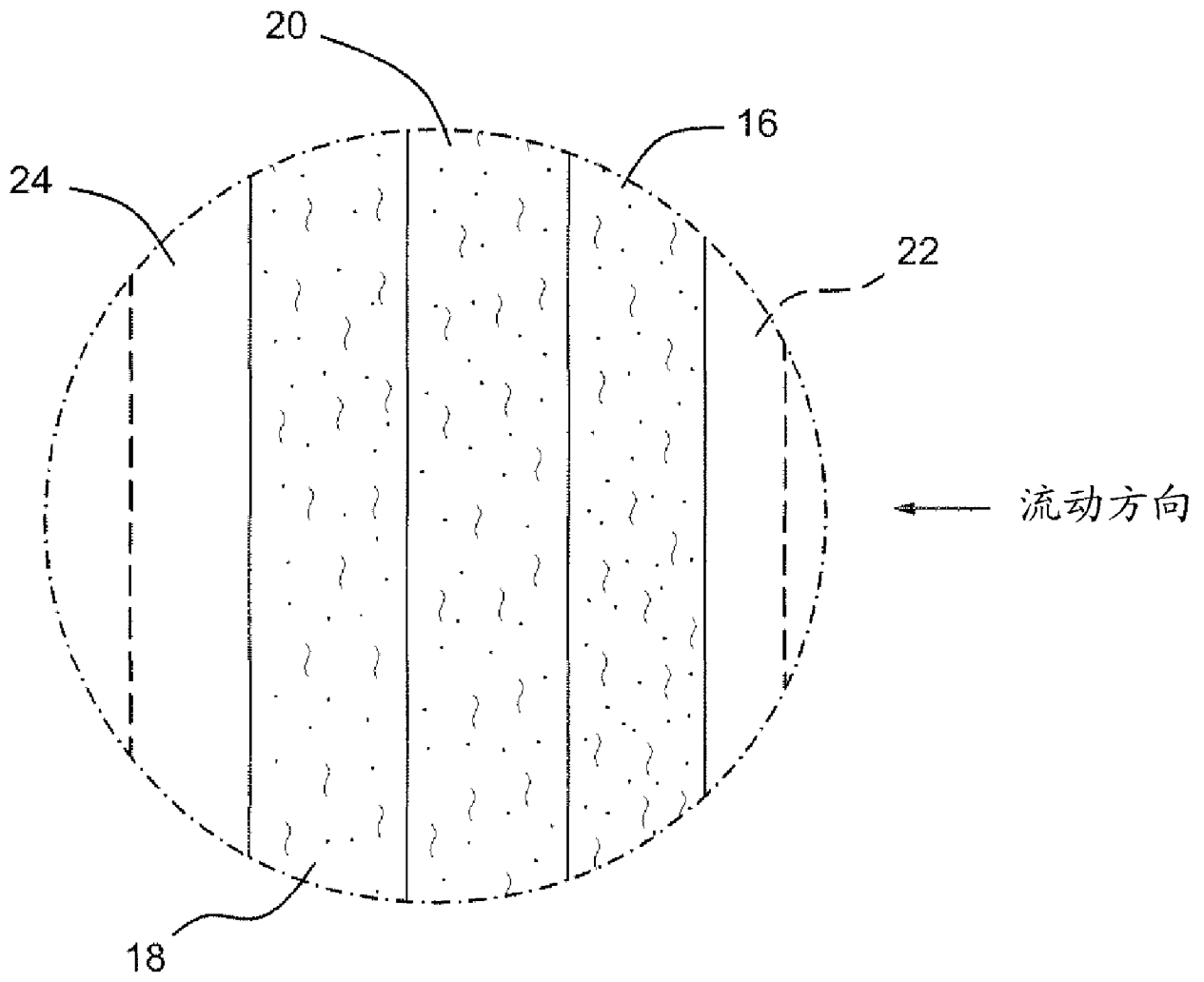


图 2