

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **033479**(13) **B9**

**(12) ИСПРАВЛЕННОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К
ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

- (15) Информация об исправлении
**Версия исправления: 1 (W1 B1)
исправления в формуле**
- (48) Дата публикации исправления
2019.12.18, Бюллетень №12'2019
- (45) Дата публикации и выдачи патента
2019.10.31
- (21) Номер заявки
201692386
- (22) Дата подачи заявки
2015.04.01
- (51) Int. Cl. **B01D 17/04 (2006.01)
C10G 33/06 (2006.01)
C23C 14/58 (2006.01)
C23C 14/16 (2006.01)
C23C 22/68 (2006.01)**

**(54) СЕТКА, СОДЕРЖАЩАЯ ПОВЕРХНОСТЬ ИЗ ГИДРАТИРОВАННОГО ОКСИДА
АЛЮМИНИЯ, И ЕЕ ПРИМЕНЕНИЕ ДЛЯ СЕПАРАЦИИ МАСЛЯНИСТОЙ ЖИДКОСТИ
И ВОДЫ**

- (31) **14170291.0**
- (32) **2014.05.28**
- (33) **EP**
- (43) **2017.05.31**
- (86) **PCT/EP2015/057172**
- (87) **WO 2015/180872 2015.12.03**
- (71)(73) Заявитель и патентовладелец:
БАСФ СЕ (DE)
- (72) Изобретатель:
Фляйшхакер Фридерике (DE)
- (74) Представитель:
Беляева Е.Н. (BY)
- (56) **US-A1-2012020839
CN-A-102600735
ZHONGXIN XUE ET AL.: "A Novel
Superhydrophilic and Underwater Superoleophobic
Hydrogel - Coated Mesh for Oil/Water Separation",
ADVANCED MATERIALS, vol. 23, no. 37, 4 October
2011 (2011-10-04), pages 4270-4273, XP055198101,
ISSN: 0935-9648, DOI: 10.1002/adma.201102616,
cited in the application, the whole document
US-A1-2012020839
CN-A-102600735
US-A1-2015014243**

-
- (57) Сетки для сепарации маслянистой жидкости и воды, содержащие поверхность, включающую гидратированные оксиды алюминия, в частности γ -AlOOH, вследствие чего поверхность сетки приобретает гидрофильные свойства. Способ производства таких сеток путем нанесения покрытия в виде алюминия или оксида алюминия на сетку без покрытия и преобразования такого покрытия в гидратированный оксид алюминия. Применение таких сеток для сепарации маслянистой жидкости и воды.

B9**033479****033479****B9**

Изобретение относится к сеткам для сепарации маслянистой жидкости и воды, содержащим поверхность, включающую гидратированный оксид алюминия, в частности γ -AlOOH, вследствие чего поверхность сетки приобретает гидрофильные свойства. Также изобретение относится к способу производства такой сетки путем нанесения покрытия в виде алюминия или оксида алюминия на сетку без покрытия и преобразования такого покрытия в гидратированный оксид алюминия. Кроме того, изобретение относится к применению такой сетки для сепарации маслянистой жидкости и воды.

Проблема сепарации маслянистой жидкости и воды известна во всем мире. Типичные проблемы, связанные с такой сепарацией, включают сепарацию эмульсий неочищенной нефти и (пластовой) воды, сепарацию промышленных нефтесодержащих сточных вод или сепарацию нефти и воды для удаления разливов нефти.

Специалистам известны способы сепарации эмульсий маслянистой жидкости и воды или прочих смесей маслянистой жидкости и воды путем добавления химических добавок, таких как, например, деэмульгаторы и/или нефтеотделители. Примеры таких деэмульгаторов описаны, например, в документах EP-A 0264841, EP-A 0499068 или EP-A 0267517.

Кроме того, известны способы использования материалов, способных селективно абсорбировать органические растворители, включая, помимо прочего, маслянистые жидкости. Примеры включают пенопласт с открытыми порами на основе меламина-формальдегида, модифицированный с помощью гидрофобного покрытия, например, такой как описан в документах WO 2007/110361 A1 или WO 2008/107439 A1. В работе J.K. Yuan, X.G. Liu, O. Akbulut, J.Q. Hu, S.L. Suib, J. Kong, F. Stellacci, *Nat. Nanotechnol.* 2008, 3, 332 описаны суперсмачивающие мембраны из нанопроволоки для селективной абсорбции. Такие мембраны получают путем нанесения покрытия из кремнийорганического материала на мембраны из нанопроволоки.

Также делались предложения по использованию сеток для сепарации маслянистой жидкости и воды.

В работе L. Feng, Z.Y. Zhang, Z.H. Mai, Y.M. Ma, B.Q. Liu, L. Jiang, D.B. Zhu, *Angew. Chem.* 2004, 116, 2046; *Angew. Chem. Int. Ed.* 2004, 43, 2012 описана пленка в виде сетки с супергидрофобным и суперолеофильным покрытием для сепарации маслянистой жидкости и воды. Нанесение покрытия осуществляют с использованием однородной эмульсии, в состав которой входит 50 мас.% воды, 30 мас.% политетрафтортилена (тефлона), 10 мас.% поливинилацетата в качестве адгезива, 8 мас.% поливинилового спирта в качестве диспергатора и 2% додецилбензолсульфоната в качестве ПАВ. Как показано в документах, на которые приведены ссылки, капли воды задерживаются на сетке и не проходят через нее, в то время как капли дизельного топлива проходят через нее.

Тем не менее, при использовании описанных гидрофобных/олеофильных материалов для удаления нефти быстро происходит их загрязнение или засорение. Таким образом, после определенного количества раз использования эффективность сепарации резко снижается. Кроме того, удаление нефти, которая задержалась на сетке, является проблематичным, что приводит к вторичному загрязнению в ходе такого процесса очистки, а также к потерям нефти и олеофильного материала.

В работе Z. Xue, S. Wang, L. Lin, L. Chen, M. Liu, L. Feng и L. Jiang, *Adv. Mater.* 2011, 23, 4270-4273 описано производство супергидрофильной и суперолеофобной под водой стальной сетки с покрытием из гидрогеля для сепарации нефти и воды. Указанная стальная сетка была покрыта радиационно-отверждаемой водной композицией на основе акриламида, N,N'-метиленабисакриламида в качестве сшивающего агента и высокомолекулярного полиакриламида ($M_n = 3000000$ г/моль) в качестве адгезионного средства; отверждение покрытия сетки осуществлялось с использованием ультрафиолетового излучения. Описанная сетка обладает характеристиками сепарации, противоположными характеристикам сетки, описанной в работе L. Feng et al. В данном случае капли воды проходят через сетку, в то время как нефть ею удерживается. Такие материалы являются преимущественными, так как их легко чистить, такое оборудование можно использовать повторно, после сепарации нефтяную фазу можно подвергать переработке, и оборудование защищено от загрязнения нефтью. Тем не менее, недостаток полиакриламидного покрытия, описанного в работе Xue et al., - невысокая эффективность и стабильность в отношении сепарации эмульсий неочищенной нефти и воды. Испытания, проведенные нами, показали, что с использованием сетки, на которую нанесено покрытие в соответствии с описанным способом, осуществлялась эффективная сепарация смесей гексана и воды, однако, сепарация эмульсий неочищенной нефти и воды была недостаточно эффективной.

В работе W. Zhang, Z. Shi, F. Zhang, X. Liu, J. Jin и L. Jiang, *Adv. Mater.* 25, 2071-2076 описаны супергидрофобные и суперолеофильные мембраны из ПВДФ для эффективной сепарации эмульсий типа вода-в-масле с высокой плотностью потока. При испытаниях эмульсий типа вода-в-масле в качестве масляной фазы использовали петролейный эфир, толуол, изооктан и дихлорметан. Испытания сепарации эмульсий неочищенной нефти и воды не проводили.

В работе P. Kim, M.J. Kreder, J. Alvarenga и J. Aizenberg, *Nano Lett.*, 2013, 13 (4), стр. 1793-1799, описано использование γ -AlOOH (бёмита) с пропиткой перфторированными растворителями для получения омнифобной поверхности. В указанной публикации не описаны сетки с покрытиями и их исполь-

зование для сепарации маслянистой жидкости и воды.

Целью настоящего изобретения является предоставление улучшенных гидрофильных и олеофобных сеток с покрытием, которые также демонстрируют высокую эффективность при сепарации эмульсий неочищенной нефти и воды.

Соответственно, в соответствии с первым аспектом настоящее изобретение относится к сетке для сепарации маслянистой жидкости и воды, содержащей поверхность, включающую гидратированный оксид алюминия, предпочтительно γ -AlOOH.

В соответствии со вторым аспектом настоящее изобретение относится к способу производства такой сетки, при этом указанный способ включает, по меньшей мере, следующие этапы:

(1) нанесение на сетку покрытия в виде алюминия или оксида алюминия, и

(2) преобразование покрытия в виде алюминия или оксида алюминия в гидратированный оксид алюминия путем обработки покрытия водой или водяным паром при температуре выше комнатной температуры.

В соответствии с третьим аспектом настоящее изобретение относится к сетке, которая может быть получена таким способом.

В соответствии с четвертым аспектом настоящее изобретение относится к способу производства такой сетки, при котором сетку, изготовленную из алюминия, используют в качестве исходного материала с последующим преобразованием поверхности сетки в гидратированные оксиды алюминия путем обработки сетки водой и повышения температуры до уровня выше комнатной температуры.

В соответствии с пятым аспектом настоящее изобретение относится к сетке, которая может быть получена таким способом.

В соответствии с шестым аспектом изобретения предоставляется применение такой сетки для сепарации маслянистой жидкости и воды.

Перечень фигур

На фиг. 1 схематически представлено устройство для испытания сеток; на фиг. 2 схематически представлен сепаратор маслянистой жидкости и воды, снабженный сеткаит.

В отношении изобретения необходимо отдельно указать следующее.

Сетка, предназначенная для сепарации маслянистой жидкости и воды, в соответствии с изобретением содержит поверхность, включающую гидратированный оксид алюминия. "Гидратированные оксиды алюминия" включают метагидроксиды алюминия, такие как α -AlOOH или γ -AlOOH, с определенной кристаллической структурой, но также и метагидроксиды алюминия с менее определенной структурой, т.е. аморфные продукты или имеющие, по меньшей мере, аморфные части. "Гидратированные оксиды алюминия", помимо ионов алюминия, могут содержать также ионы других металлов, такие как, например, ионы железа, при этом подразумевается, что, как правило, по меньшей мере 90 мол.% присутствующих ионов металла являются ионами алюминия.

Предпочтительно, поверхность сетки содержит γ -AlOOH, который также известен как бёмит.

Толщина слоя гидратированных оксидов алюминия на поверхности сетки, как правило, может составлять 50-500 нм, предпочтительно 100-200 нм.

Сетка по настоящему изобретению может быть изготовлена путем преобразования поверхности алюминиевой сетки в поверхность, содержащую гидратированные оксиды алюминия, или путем нанесения на сетку покрытия из другого материала, например сетка из нержавеющей стали с алюминием или соединениями алюминия, такими как, например, оксиды алюминия, и преобразования указанного покрытия в гидратированные оксиды алюминия.

Сетка, используемая для покрытия.

Для производства сетки с нанесенным покрытием в качестве исходного материала используют сетку без покрытия. Для сетки может быть выбран любой подходящий материал. В качестве примера можно привести сетки, изготовленные из металла, например из стали, нержавеющей стали, бронзы, латуни или алюминия, или сетки, изготовленные из полимерных материалов, таких как полиэтилен, полипропилен, полиакриламид или полиэфирсульфон. В одном из вариантов осуществления изобретения в качестве материала сетки выбран металл, предпочтительно нержавеющая сталь.

Сетка может содержать проволоку или волокна, образующие сетку, однако могут использоваться и другие типы сетки, такие как листы материала с отверстиями, например отверстиями, сделанными в листе материала путем штамповки. Последний способ имеет то преимущество, что могут также использоваться отверстия неправильной формы, что может быть затруднительным при использовании проволоки.

В случае если сетка содержит проволоку и/или волокна, такие волокна/проволока сетки могут иметь толщину 0,02-0,2 мм, например 0,03-0,1 мм.

Специалист может подобрать тип используемой сетки и форму отверстий в соответствии с необходимостью, например четырехугольную, шестиугольную или восьмиугольную, или может использоваться сочетание двух или более форм. Примеры четырехугольной формы отверстий включают квадратную, прямоугольную форму или форму параллелограмма. Другие формы включают круг, овал, отверстия в

форме звезды или отверстия неправильной формы.

Размер ячейки может быть подобран специалистом в соответствии с необходимостью. В частности, размер ячеек сетки может составлять 10-100 мкм, например 50-70 мкм. Указанные значения относятся к наибольшему расстоянию по прямой от одной точки на краю отверстия до другой точки на краю этого же отверстия. Например, такое расстояние может представлять собой диагональ квадрата, диагональ (большей длины) прямоугольника или диаметр круга. В случае если сетка содержит отверстия различного размера, такое значение относится к среднему арифметическому.

Модификация поверхности.

Путем модификации поверхности немодифицированной сетки получают сетку с модифицированной поверхностью, содержащую поверхность, включающую гидратированный оксид алюминия, предпочтительно γ -AlOOH. Такая модифицированная поверхность придает гидрофильные, предпочтительно супергидрофильные свойства сетке, вследствие чего она становится пригодной для сепарации маслянистой жидкости и воды. Термин "супергидрофильный" означает, что краевой угол смачивания для маслянистой жидкости составляет $> 150^\circ$, в то время как краевой угол смачивания для воды составляет $< 5^\circ$.

В соответствии с первым вариантом осуществления изобретения на сетку согласно описанию выше наносят покрытие из алюминия или оксида алюминия. Для нанесения покрытия может использоваться любая технология. Примеры пригодных для использования технологий включают способы физического осаждения из паровой фазы, такие как термическое испарение, металлизация напылением, технологии электронно-лучевого испарения или ГФХО-технологии. Такие техники обработки известны специалистам и описаны, например, в документе Mahan, John E. "Physical Vapor Deposition of Thin Films" New York: John Wiley & Sons, 2000; Dobkin and Zuraw (2003) "Principles of Chemical Vapor Deposition"; или Kluwer, Smith, Donald (1995) "Thin-Film Deposition: Principles and Practice" McGraw-Hill.

Специалист может подобрать необходимую толщину слоя алюминия или оксида алюминия, такая толщина обычно составляет 50-500 нм, предпочтительно 100-200 нм.

Слой алюминия/оксида алюминия также могут наноситься на сетку с использованием золь-гелевой технологии с последующей термической обработкой. Такие техники обработки также известны специалистам и описаны, например, в документе C. Jeffrey Blinker, George W. Scherer (Hrsg.) "Sol Gel Science. The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing. The Physics and Chemistry of Sol-gel Processing", Academic Press, Boston (1990) или Kim, Philseok; Kreder, Michael J.; Alvarenga Jack et al., NANO LETTERS, том: 13, выпуск: 4, стр.: 1793-1799, опубликовано: APR 2013.

В некоторых случаях на сетку без покрытия может предварительно наноситься адгезионный слой. Такой адгезионный слой может представлять собой слой Cr или Ti, который также может наноситься с использованием способов физического осаждения из паровой фазы, однако, возможно использование слоев других оксидов. Толщина такого дополнительного покрытия может составлять 1-20 нм, например 3-10 нм.

Материал сетки без покрытия, которая должна быть модифицирована в соответствии с этой технологией, может быть любым материалом. Предпочтительно, материал сетки без покрытия выбирают из стали, нержавеющей стали, бронзы или латуни, в частности нержавеющей стали. Размер ячейки может быть подобран специалистом в соответствии с необходимостью. В частности, размер ячеек сетки может составлять 10-100 мкм, например 40-60 мкм. Более подробная информация об используемых немодифицированных сетках была приведена выше, и мы напрямую отсылаем к этому описанию.

На дополнительном этапе после нанесения покрытия из алюминия или оксидов алюминия осуществляют преобразование такого покрытия в гидратированные оксиды алюминия, предпочтительно в γ -AlOOH, путем обработки покрытия водой, предпочтительно деионизированной водой или водяным паром при температуре выше комнатной температуры, предпочтительно при температуре более 50°C , более предпочтительно при температуре более 95°C . В соответствии с одним из вариантов осуществления изобретения сетка с нанесенным покрытием может быть погружена в кипящую воду. Продолжительность обработки водой может быть подобрана специалистом в соответствии с необходимостью, она может находиться в диапазоне 10-40 мин, предпочтительно в диапазоне 15-30 мин.

Толщина слоя гидратированных оксидов алюминия на поверхности сетки, как правило, может составлять 50 нм - 1 мкм, предпочтительно 100-500 нм.

Настоящее изобретение также относится к сетке, содержащей поверхность, включающую гидратированные оксиды алюминия, в частности поверхность, содержащую γ -AlOOH, которая может быть получена способом в соответствии с первым вариантом осуществления изобретения, описанным выше.

В соответствии со вторым вариантом осуществления изобретения в качестве исходного материала используют алюминиевую сетку.

Размер ячейки может быть подобран специалистом в соответствии с необходимостью. В частности, размер ячеек сетки может составлять 10-100 мкм, например 40-60 мкм. Более подробная информация об используемых немодифицированных сетках была приведена выше, и мы напрямую отсылаем к этому описанию. Поверхность сетки преобразуют в гидратированные оксиды алюминия, предпочтительно в γ -AlOOH, путем обработки покрытия водой при температуре выше комнатной температуры, предпочти-

тельно при температуре более 50°C. В соответствии с одним из вариантов осуществления изобретения алюминиевая сетка может быть погружена в кипящую воду на период около 10-40 мин, предпочтительно на 15-30 мин.

Настоящее изобретение также относится к сетке, содержащей поверхность, включающую гидратированные оксиды алюминия, в частности поверхность, включающую γ -AlOOH, которая может быть получена способом в соответствии со вторым вариантом осуществления изобретения, описанным выше.

Применение сеток с модифицированной поверхностью для сепарации маслянистой жидкости и воды.

Сетки по настоящему изобретению могут использоваться для сепарации маслянистой жидкости и воды.

При использовании по тексту настоящего документа термин "маслянистая жидкость" включает любые виды органических жидкостей, образующих эмульсии с водой. Примеры маслянистой жидкости включают углеводороды, такие как, например, алифатические и/или ароматические углеводороды, в частности углеводороды с температурой кипения более 150°C, сырую нефть, нефтепродукты, такие как, например, дизельное топливо, бензин, тяжелая топливная нефть, моторное масло, растительные масла, такие как, например, кокосовое масло, талловое масло или рапсовое масло, или синтетические масла, такие как кремнийорганические масла. В предпочтительном варианте осуществления изобретения маслянистая жидкость представляет собой неочищенную нефть. Термин "смесь маслянистой жидкости и воды" включает любые типы смеси маслянистой жидкости и воды, содержащие фазу маслянистой жидкости и водную фазу, включая, помимо прочего, эмульсии типа масло в воде и эмульсии типа вода в масле, в частности эмульсии неочищенной нефти и воды, такие как, например, пластовая вода.

Частные примеры процессов сепарации маслянистой жидкости и воды включают процессы, осуществляемые в ходе добычи и очистки нефти, такие как сепарация эмульсий неочищенной нефти и воды, полученных из нефтеносных пластов, сепарация эмульсий тяжелой нефти из отвалов нефтеносного песка или эмульсий тяжелой нефти, полученных при применении вторичных методов извлечения с использованием закачки пара, отделения нефти от воды, обезвоживания нефтяного шлама или удаления углеводородов из буровых растворов. Другие примеры включают сепарацию смесей маслянистой жидкости и воды со дна резервуаров нефтеперерабатывающих заводов или других объектов хранения продукции, точек сбора уничтожаемых отходов нефти, отходов химических заводов, балластной воды или удаления разливов нефти.

В соответствии с одним предпочтительным вариантом осуществления изобретения подвергаемая сепарации смесь маслянистой жидкости и воды представляет собой смесь неочищенной нефти и воды, в частности эмульсию неочищенной нефти и воды.

Для сепарации смесей нефти и воды в соответствии с настоящим изобретением смесь маслянистой жидкости и воды может пропускаться через сетку. В качестве движущей силы таких смесей может просто использоваться сила тяжести, однако такие смеси могут подаваться также под давлением. Из-за (супер)гидрофильных свойств поверхности сетки с покрытием вода может проходить через такую сетку, в то время как прохождение через сетку маслянистой жидкости затруднено, так что по меньшей мере часть маслянистой жидкости задерживается на сетке и может удаляться с сетки.

В одном из вариантов осуществления изобретения для сепарации смеси маслянистой жидкости и воды используют устройство для сепарации, содержащее, по меньшей мере, следующие элементы: первую камеру, содержащую, по меньшей мере, входное отверстие для подачи жидкостей и выходное отверстие для отвода жидкостей, при этом первая камера соединена со второй камерой, содержащей, по меньшей мере, выходное отверстие для отвода жидкостей, при этом, кроме того, сетка с нанесенным покрытием в соответствии с изобретением отделяет первую камеру от второй камеры. В предпочтительном варианте осуществления изобретения такое устройство представляет собой устройство для поперечноточной фильтрации.

Для сепарации смеси маслянистой жидкости и воды с использованием описанного устройства подвергаемая сепарации смесь маслянистой жидкости и воды поступает в первую камеру. Может применяться соответствующее давление, которое сможет подобрать специалист в данной области. Вода или по меньшей мере часть воды, содержащаяся в смеси маслянистой жидкости и воды, проходит через сетку во вторую камеру и может отводиться из второй камеры через выходное отверстие второй камеры. Маслянистая жидкость или смесь маслянистой жидкости и воды с уменьшенным содержанием воды может отводиться через выходное отверстие первой камеры. Такой процесс может осуществляться непрерывно или с перерывами. В предпочтительном варианте осуществления изобретения такой процесс представляет собой непрерывную поперечноточную фильтрацию.

В случае если одного этапа недостаточно для полной сепарации маслянистой жидкости и воды, этап сепарации может повторяться с использованием того же или другого устройства. Например, для сепарации может применяться каскад из двух или нескольких описанных устройств, расположенных последовательно.

В соответствии с еще одним вариантом осуществления изобретения используют сепаратор для сепарации неочищенной нефти и воды, оборудованный сетками в соответствии с настоящим изобретением.

Схематическое представление такого сепаратора приведено на фиг. 2. Сепаратор представляет собой полый корпус в форме цилиндра, который, по меньшей мере, содержит входное отверстие для подачи эмульсии маслянистой жидкости и воды, резервуар для отделенной маслянистой жидкости, выходные отверстия для отвода отделенной воды и отделенной маслянистой жидкости, а также каплеуловитель и выходное отверстие для отвода отделенного газа. Сетки могут быть расположены в сепараторе вертикально (1a) или практически вертикально (1b) в месте, близком к входному отверстию для подачи эмульсии маслянистой жидкости и воды. Также сетка может быть расположена горизонтально. В соответствии с таким вариантом осуществления изобретения входное отверстие для подачи эмульсии маслянистой жидкости и воды располагается над сеткой, так что эмульсия может быть разделена на маслянистую жидкость и воду под воздействием силы тяжести. Для удерживания разливов нефти сетка также может использоваться в качестве переливного барьера (3) для воды и/или в каплеуловителе (2). Понятно, что специалист сможет использовать сетки в сепараторе маслянистой жидкости и воды и иным способом.

Преимущества изобретения

При использовании сетки с модифицированной поверхностью в соответствии с настоящим изобретением обеспечивается следующее преимущество: отсутствует необходимость в использовании деэмульгатора для сепарации маслянистой жидкости и воды или, по меньшей мере, возможно уменьшить количество используемых деэмульгаторов и/или нефтеотделителей. Не привязываясь к теории, представляется, что гидратированные оксиды алюминия, в частности бёмит, соединяется с водой и образует гидрофильную скользкую водяную пленку на поверхности во влажном состоянии. Также, поверхностное покрытие из неорганического материала имеет то преимущество, что такие покрытия обладают большей механической прочностью, чем органические покрытия для сетки.

Настоящее изобретение более подробно поясняется следующими примерами. Производство сеток с покрытием.

Пример 1.

Использовали решетку из нержавеющей стали 1.4401 с квадратными ячейками размером 50 мкм и диаметром проволоки 0,036 мм. Нарезали куски размером 5×5 см. Куски металлической решетки очищали ацетоном, деионизированной водой и снова ацетоном и высушивали воздухом.

На очищенные куски металлической проволоки наносили покрытие слоем 5 нм из Cr (в качестве адгезионного слоя) и слоем 100 нм из Al путем термического испарения в соответствии с процессами, известными специалистам. Более подробное описание приведено в документе K.S. Sree Harsha, "Principles of Vapor Deposition of Thin Films", Elsevier, 2006; R.Glang "Vacuum Evaporation", Handbook of Thin Film Technology, McGraw-Hill, NY, стр. 1-130, 1970, LA. Blech "Step Coverage by Vapor Deposited Thin Aluminum Films", Solid State Technology, стр. 123, 1983.

На следующем этапе слой Al преобразовывали в метагидроксид алюминия путем помещения решеток с покрытием в кипящую деионизированную воду на 30 мин.

Сравнительный пример 1.

Использовали решетку из нержавеющей стали 1.4401 с квадратными ячейками размером 50 мкм и диаметром проволоки 0,036 мм. Нарезали куски размером 5×5 см. Куски металлической решетки очищали ацетоном, деионизированной водой и снова ацетоном и высушивали воздухом. На следующем этапе очищенный кусок решетки закрепляли зажимами наверху стеклянной бутылки производства Schott объемом 100 мл (резьба GL 45). Стеклянную бутылку с металлической решеткой наверху помещали в перевернутом положении в раствор покрытия, описанный ниже, после чего вынимали, и осуществляли отверждение покрытия с использованием ультрафиолетового излучения (365 нм).

Для нанесения покрытия использовали раствор-прекурсор гидрогеля, описанный в Adv. Mater. 2011, 23, 4270: 50 г акриламида, 1,5 г N,N'-метилбисакриламида (сшивающий агент), 1,0 г 2,2'-дизтоксиацетофенона (фотоинициатор) и 0,5 г полиакриламида с M_w 2000000 г/моль (адгезионный агент) растворили в 47 г деионизированной воды и перемешивали в течение 45 мин. Для обеспечения лучшей растворимости в качестве первого ингредиента растворили полиакриламид.

Испытания сепарации маслянистой жидкости и воды.

Для сепарации маслянистой жидкости и воды использовали решетки с нанесенным покрытием. Конструкция тестового устройства схематически показана на фиг. 1. Образец сетки (2) закрепили у нижнего отверстия вертикальной стеклянной трубки (3) (длина: 60 см, диаметр: 1,5 см). Затем в стеклянную трубку наливали тестируемую смесь маслянистой жидкости и воды с использованием воронки. Любой раствор, проходящий через, сетку собирали с использованием пробирки. Производили измерения объема органической фазы, который не удержан решеткой, т.е. собран в пробирку. Для каждой тестовой смеси использовали новую решетку. Каждый тест с использованием отдельной смеси маслянистой жидкости и воды и отдельным типом решетки повторяли три раза с использованием новой решетки. Все испытания проводили при комнатной температуре.

Использовали следующие тестовые смеси маслянистой жидкости и воды:

гексан/вода, 30/70 об.%;

толуол/вода, 30/70 об.%;

гексан/толуол/вода, 24/6/70 об.%;
 пищевое масло (масло чертополоха)/вода, 30/70 об.%;
 тяжелый бензин /вода, 30/70 об.%;
 неочищенная нефть (месторождение в Северной Германии)/вода, 30/70 об.%.
 Для лучшей визуальной детекции водную фазу окрашивали красителем метиленовый голубой.

Также проводили испытания эмульсий смесей. Эмульсии получали путем активного встряхивания соответствующих двухфазных смесей.

Процентное отношение фазы маслянистой жидкости (об.% по отношению к общему количеству маслянистой жидкости, использованному для теста), которое не удерживается решеткой и проходит через решетку, приведено в таблице. Так как для каждой решетки и для каждой смеси маслянистая жидкость/вода проводили по меньшей мере три повторных опыта, при необходимости указывают также диапазоны значений.

Процентное отношение (об.%) количества фазы маслянистой жидкости тестируемых смесей маслянистой жидкости и воды, которое проходит через соответствующую решетку

№	Покрытие	Гексан/вода (30/70)	Толуол/вода (30/70)	Гексан/толуол /вода (24/6/79)	Масло чертополоха /вода (30/70)	Масло чертополоха /вода (30/70) в виде эмульсии	Бензин/вода (30/70)	Неочищенная нефть/вода (30/70)
C1	покрытие из сшитого акриламида	0%	100 %	5 - 20 %	100 %	100 %	100 %	100 %
1	Покрытие AlOOH	0%					30 - 50 %	50 - 75 %

Незаполненные ячейки: измерения не производили.

Анализ.

Определяли эффективность сепарации решеток с различными видами покрытия (см. раздел "Экспериментальная часть") для различных смесей маслянистой жидкости и воды и соответствующих эмульсий (см. раздел "Экспериментальная часть"). В рамках приведенной группы различных смесей маслянистой жидкости и воды, смесь гексан/вода рассматривается как смесь, которая наиболее легко поддается сепарации, в то время как сепарация смеси бензин/вода и, в особенности, неочищенная нефть/вода является гораздо более проблематичной.

Сравнительным примером C1, в котором покрытие наносили в соответствии с известным уровнем техники, обеспечивается наибольшая эффективность при сепарации смеси гексан/вода, а также некоторый уровень эффективности обеспечивается при сепарации смеси гексан/толуол/вода. Тем не менее, для смесей неочищенная нефть/вода, бензин/вода, масло чертополоха/вода и толуол/вода сепарация не осуществлялась.

Сетка с покрытием из AlOOH по настоящему изобретению демонстрирует значительно более высокую эффективность сепарации маслянистой жидкости и воды для смесей бензина и воды или смесей неочищенной нефти и воды.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Применение сетки с нанесенным покрытием для сепарации масла и воды, причем сетка содержит поверхность, включающую гидратированный оксид алюминия.
2. Применение по п.1, отличающееся тем, что поверхность содержит γ -AlOOH.
3. Применение по п.1 или 2, отличающееся тем, что сетка имеет размер ячейки сетки, составляющий 10-100 мкм.
4. Применение по п.1, отличающееся тем, что сетка произведена использованием, по меньшей мере, следующих этапов:
 - (1) нанесение на сетку покрытия в виде алюминия или оксида алюминия и
 - (2) преобразование покрытия в виде алюминия или оксида алюминия в гидратированный оксид алюминия путем обработки покрытия водой или водяным паром при температуре, выше комнатной температуры.
5. Применение по п.4, отличающееся тем, что гидратированный оксид алюминия представляет собой γ -AlOOH.
6. Применение по п.4 или 5, отличающееся тем, что сетка имеет размер ячейки сетки, составляющий 10-100 мкм.
7. Применение по любому из пп.4-6, отличающееся тем, что немодифицированная сетка изготовлена из металла, выбранного из группы стали, нержавеющей стали, бронзы и латуни.
8. Применение по любому из пп.4-6, отличающееся тем, что немодифицированная сетка изготовлена из нержавеющей стали.

9. Применение по любому из пп.4-6, отличающееся тем, что толщина слоя алюминия или оксида алюминия составляет 50-150 нм.

10. Применение по любому из пп.4-9, отличающееся тем, что этап (2) осуществлен при температуре более 95°C.

11. Применение по любому из пп.4-10, отличающееся тем, что алюминий или оксид алюминия нанесен путем физического или химического осаждения из паровой фазы.

12. Применение по любому из пп.4-10, отличающееся тем, что оксид алюминия нанесен с использованием золь-гелевой технологии с последующей термической обработкой.

13. Применение по любому из пп.4-12, отличающееся тем, что в процесс включен дополнительный этап (0) предварительного нанесения покрытия, на котором на сетку предварительно наносят покрытие из Cr и/или Ti.

14. Применение по п.1, отличающееся тем, что сетка произведена из сетки, изготовленной из алюминия, которая использована в качестве исходного материала с последующим преобразованием поверхности сетки в гидратированные оксиды алюминия путем обработки сетки водой или водяным паром при температуре выше комнатной температуры.

15. Применение по п.14, отличающееся тем, что обработка осуществлена с использованием воды, имеющей температуру более 95°C.

16. Применение по любому из пп.1-15, отличающееся тем, что смесь масла и воды пропущена через сетку, тем самым позволяя воде пройти через сетку, в то время как по меньшей мере часть масла остается на сетке.

17. Применение по любому из пп.1-15, отличающееся тем, сетка расположена в устройстве для сепарации, которое содержит, по меньшей мере,

первую камеру, содержащую, по меньшей мере, входное отверстие для текучих сред и выходное отверстие для текучих сред,

вторую камеру, соединенную с первой камерой, содержащую, по меньшей мере, выходное отверстие для текучей среды, и

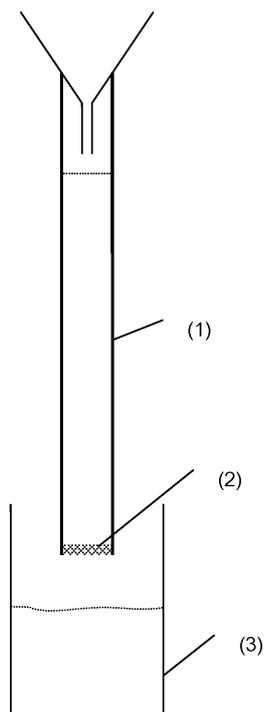
сетку с нанесенным покрытием, которая отделяет первую камеру от второй.

18. Применение по п.17, отличающееся тем, что сепарация представляет собой непрерывную поперечно-точную фильтрацию.

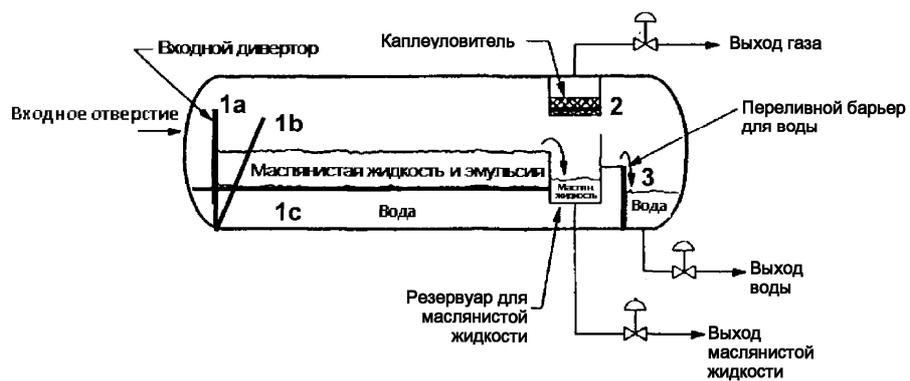
19. Применение по любому из пп.1-18, отличающееся тем, что масло выбрано из группы углеводородов, сырой нефти, нефтепродуктов, дизельного топлива, бензина, тяжелой топливной нефти, моторного масла, растительных масел, кокосового масла, таллового масла, или рапсового масла, или кремнийорганических масел.

20. Применение по любому из пп.1-18, отличающееся тем, что масло является неочищенной нефтью.

21. Применение по любому из пп.1-18, отличающееся тем, что сепарация выбрана из сепарации эмульсий сырой нефти и воды, полученных из нефтеносных пластов, сепарации эмульсий тяжелой нефти из отвалов нефтеносного песка или эмульсий тяжелой нефти, полученных при применении методов парогравитационного дренажа, отделения нефти от воды, обезвоживания нефтяного шлама, удаления углеводородов из буровых текучих сред, сепарации смесей масла и воды со дна резервуаров нефтеперерабатывающих заводов или других объектов хранения продукции, точек сбора отработанных масел разового применения, отходов химических заводов, балластной воды или удаления разливов нефти.



Фиг. 1



Фиг. 2