

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 629 866**

51 Int. Cl.:

B01D 17/04 (2006.01)
C10G 33/06 (2006.01)
F02M 37/22 (2006.01)
B01D 36/00 (2006.01)
B01D 39/00 (2006.01)
B01D 46/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.10.2010 PCT/FI2010/050777**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.04.2011 WO11042605**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.10.2010 E 10779024 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.04.2017 EP 2485823**

54 Título: **Medio de separación y métodos especialmente útiles para separar emulsiones de agua-hidrocarburo que tienen bajas tensiones interfaciales**

30 Prioridad:

09.10.2009 US 576839

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

16.08.2017

73 Titular/es:

**AHLSTROM CORPORATION (100.0%)
Alvar Aallon katu 3 C
00100 Helsinki, FI**

72 Inventor/es:

**PANGESTU, FARINA y
STANFEL, CHRISTINE**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 629 866 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Medio de separación y métodos especialmente útiles para separar emulsiones de agua-hidrocarburo que tienen bajas tensiones interfaciales

5

Campo

Las realizaciones descritas en la presente memoria se refieren en general a medios de separación y a métodos para separar emulsiones de agua-hidrocarburo. En formas especialmente preferidas, las realizaciones descritas en la presente memoria se refieren a la separación de agua de una emulsión de agua-combustible a base de hidrocarburo (por ejemplo, combustible diésel).

10

Antecedentes

La necesidad de separar emulsiones de agua e hidrocarburos es ubicua; afectando históricamente a una amplia variedad de industrias. La separación de emulsiones de agua-hidrocarburo ha implicado convencionalmente sistemas que se basan en elementos sencillos o múltiples, patrones de flujo novedosos, cámaras de sedimentación, placas metálicas paralelas, hilos orientados, mecanismos de intrusión de gas y carga electrostática. El resto de sistemas de separación emplea un elemento que contiene un medio fibroso, poroso, coalescente a través del cual se pasa la emulsión y se separa. Independientemente del diseño del sistema, todos los sistemas de separación de agua-hidrocarburo se dirigen a la recogida de gotas emulsificadas en proximidad inmediata para facilitar la coalescencia. La coalescencia y posterior separación debido a diferencias de densidad entre agua e hidrocarburos es el mecanismo detrás de todos los sistemas de separación.

15

20

Los medios coalescentes porosos, fibrosos convencionalmente conocidos inducen la separación de emulsión en aplicaciones de flujo pasante a través del mismo mecanismo general, independientemente de la naturaleza de la emulsión. El medio de coalescencia presenta a la fase discontinua de la emulsión una superficie energéticamente diferente de la fase continua. Como tal, la superficie del medio sirve para competir con la fase continua de la emulsión por la fase discontinua, o de gotitas, de la emulsión. A medida que la emulsión entra en contacto y progresa a través del medio de coalescencia, las gotitas se dividen entre la superficie sólida y la fase continua. Las gotitas adsorbidas sobre la superficie de medio sólido viajan a lo largo de las superficies de fibras, y en algunos casos, humedecen la superficie de las fibras. A medida que más emulsión fluye través del medio, la fase discontinua adsorbida encuentra otras gotitas asociadas con el medio y ambas coalescen. El proceso de migración de gotas-coalescencia continúa conforme la emulsión se mueve a través del medio.

25

30

Por lo tanto, un medio de coalescencia se considera típicamente como funcionalmente exitoso para romper una emulsión determinada si la fase discontinua preferiblemente se adsorbe o es repelida y si la fase de gotitas se ha sometido a coalescencia en gotas en el punto de salida del medio, que sean suficientemente grandes para permitir su separación de la fase continua. Típicamente, las gotas se separan de la fase continua como una función de las diferencias de densidad entre los líquidos implicados. Por el contrario, un medio de coalescencia se considera funcionalmente que no tiene éxito para romper una emulsión si las gotas permanecen suficientemente pequeñas en el punto de salida del medio en el que permanecen atrapadas por la fase continua y no pueden separarse.

35

40

Se conocen medios de coalescencia porosos, fibrosos convencionales que retiran eficazmente más del 90 % en peso del agua emulsificada de un hidrocarburo, cuando el hidrocarburo tiene una tensión interfacial (γ) por encima de 25 mN/m (25 dinas/cm) con agua. Si el hidrocarburo muestra una tensión interfacial de hidrocarburo-agua por debajo de 25 mN/m (25 dinas/cm) (conocido de forma coloquial como "hidrocarburos con tensión interfacial sub-25"), la emulsión de agua-hidrocarburo es considerablemente más tenaz y la capacidad de los medios de separación de emulsión de la técnica anterior para retirar el agua emulsificada disminuye drásticamente al punto en el que el 40-100 % en peso del agua emulsificada se deja que pase al uso final sin eliminar.

50

Una disminución en la tensión interfacial de hidrocarburo se produce cuando el hidrocarburo se dosifica con tensioactivos. En este aspecto, una causa raíz del fallo de los medios de coalescencia, porosos, fibrosos de la técnica anterior en hidrocarburos de tensión interfacial sub-25 es la presencia de un aumento de surfactancia. En el caso de hidrocarburos con tensión interfacial sub-25, la separación de emulsión requiere sistemas más complejos que a menudo implican elementos plegados encajados, controladores de ruta de flujo, envolturas y cámaras de sedimentación. La técnica anterior está repleta de ejemplos de sistemas complejos, diseñados para manejar la dificultad en separar emulsiones de agua-hidrocarburo. Por lo tanto, la necesidad de medios universales capaces de separar una emulsión independientemente de la tensión interfacial de hidrocarburos-agua o el contenido de tensioactivos, es evidente frente a dicha complejidad.

55

60

El papel de desactivación de tensioactivo de los medios de coalescencia, porosos, fibrosos convencionales incluye el tamaño de las gotas, estabilidad de las gotas y superficies. Los tensioactivos son moléculas que contienen restos tanto hidrófilos como hidrófobos. Cuando están presentes en una mezcla de hidrocarburos-agua, los tensioactivos se alinean en interfaces con el grupo de cabeza hidrófila asociado con la fase tipo agua, y la cola hidrófoba se extiende adentrándose en la fase tipo aceite. Esta es la conformación de más baja energía del tensioactivo, y da como resultado

65

una reducida tensión interfacial de hidrocarburos-agua. Como resultado de una reducida tensión interfacial, un aumento determinado de energía de entrada con respecto a la mezcla de hidrocarburos-agua dará como resultado una mayor área superficial interfacial en la presencia de un tensioactivo. El área superficial interfacial es inversamente proporcional al tamaño de las gotas de la fase discontinua. Por lo tanto, en la presencia del tensioactivo, un aumento determinado de la energía de entrada dará como resultado una distribución de tamaño de gota menor de la fase discontinua que en ausencia de tensioactivo. En este aspecto, todos los medios de separación de combustible-agua se basan en la interacción física entre las gotas de agua y los medios para realizar la separación. Los tensioactivos crean gotas de agua suficientemente pequeñas que muchas pasan a través del medio sin encontrarlo. Los tensioactivos también estabilizan la emulsión de la separación de manera tal que es menos probable que las gotas que impactan con el medio se separen del combustible en el medio. De manera similar, las gotas que impactan con otras gotas resisten la coalescencia en gotas más grandes necesarias para una separación exitosa. Finalmente, los tensioactivos se asocian con superficies de medios y gotas de agua, e interfieren con las interacciones de superficie únicas entre medios y agua que desestabilizan el agua dentro del combustible y permiten su separación. De forma colectiva, el resultado de mezclar tensioactivos en un hidrocarburo es la desactivación de los medios de coalescencia, porosos, fibrosos de la técnica anterior y el escape del agua al uso final.

La necesidad de medios de coalescencia, porosos, fibrosos que eliminan el agua independientemente de la tensión interfacial de hidrocarburos se ha convertido en sustancialmente más pronunciada con los cambios obligados en la calidad de combustible diésel. En la Norma para diésel en carretera en vehículos pesados de 2007 (2007 Heavy Duty Highway Diesel Rule), la EPA obliga a unas reducciones respectivas de emisiones de partículas (PM_{2.5}) y óxido de nitrógeno (NO_x) del 90 % y el 92 %, con tolerancias de NO_x que se reduzcan un 3 % adicional en el 2010. En el momento de la publicación del mandato, se consideró necesario un tratamiento posterior de escape sensible a azufre, necesario para cumplir con las metas de emisiones del 2007. Como resultado, la Norma de carreteras de 2007 (2007 Highway Rule) también requiere que los niveles de azufre en combustible diésel se reduzcan un 97 % a 15 ppm. El combustible diésel de ultra bajo contenido de azufre (ULSD) resultante se ha desprendido de su lubricidad nativa y requiere la adición de tensioactivo para cumplir con los requisitos de control de desgaste de motores. El ULSD consistentemente manifiesta hidrocarburos con tensión interfacial sub-25 con agua. La EPA exigió que los requisitos del combustible diésel generaran una cascada en combustibles diésel fuera de carretera, ferroviarios y marinos, como parte del enfoque gradual de la EPA para el control de emisiones, indicando que todos los combustibles para transporte no gasolina y de generación de energía tendrán una convergencia con el tiempo a sub-25 mN/m (sub-25 dinas/cm) de tensión interfacial.

Además, diversas agencias reguladoras gubernamentales en Estados Unidos han empezado a proporcionar incentivos para o simplemente obligar a mínimos componentes de mezclas de biodiésel para combustibles de transporte comerciales. El biodiésel es una mezcla de ésteres metílicos de ácidos grasos derivados de la esterificación de metanol catalizada de forma cáustica de triglicéridos de plantas y animales. El biodiésel es un tensioactivo, y mezclas de combustibles que contienen tan poco como el 2 % de biodiésel tienen tensiones interfaciales muy por debajo de 25 mN/m (25 dinas/cm). Como resultado, el conjunto de combustibles disponibles para el transporte distinto de gasolina y la generación de energía está en transición rápidamente a una región de tensión interfacial donde los medios de separación de emulsión de combustible-agua de la técnica anterior son incapaces de retirar el agua del hidrocarburo.

A pesar de los cambios en la tensión interfacial del combustible, el agua permanece como un contaminante de combustible de consideración por la corrosión de componentes de los motores de acero y la promoción de crecimiento microbiano. Todos los motores diferentes de gasolina tienen capacidad de separación de combustible-agua montada en el sistema de combustible. Además, el cumplimiento de las emisiones de motores con la Norma de carreteras de 2007 de la EPA depende en gran medida del equipo de inyección de combustible de alta presión que es extremadamente sensible al agua. Esto hace que la deshidratación del combustible sea de mayor importancia para sistemas diseñados para cumplir con los mandatos de emisiones de la EPA para el 2007 que genera un cambio sistémico en la calidad del combustible. Los requisitos de interfase de operador y kilometraje de combustible para los motores dictan la necesidad de sistemas de separación de agua pequeños, ligeros y fáciles de operar. Estas necesidades a menudo impiden los sistemas de separación complejos que se conocen convencionalmente. Como resultado, los cambios exigidos en la calidad del combustible han creado una necesidad bien definida de medios de coalescencia fibrosos porosos que retiren el agua independiente de la tensión interfacial de los hidrocarburos.

Los ejemplos de medios de coalescencia novedosos se describen en la Solicitud de Patente de Estados Unidos en trámite de propiedad común número 12/014.864 presentada en enero de 16 de 2008, y titulada "Coalescence Media for Separation of Water-Hydrocarbon Emulsions" (cuyo contenido en su totalidad se incorpora como referencia en la presente memoria y se denominará a continuación como "la Solicitud US-12/014.864). Estos medios logran una gran área superficial con la estructura y permeabilidad de poros requeridas y separan eficazmente emulsiones tenaces de agua e hidrocarburos que contienen tensioactivo tales como mezclas de biodiésel-ULSD sin el uso de complejos sistemas de separación. Los medios de la técnica anterior a menudo requieren múltiples capas para afectar a la sencilla función de separación de emulsiones de agua-hidrocarburo, sin garantía de separación exitosa en hidrocarburos de baja tensión interfacial de alto contenido de tensioactivo. En cambio, los medios descritos en la Solicitud de Patente de Estados Unidos n.º 12/014.864 se forman como una capa seca única a partir de un proceso de colocación en húmedo utilizando un material colocado en húmedo distribuido homogéneamente, incluidas celulosa o fibras celulósicas, fibras sintéticas, fibras fibriladas de gran

área superficial, microfibras de vidrio, y un material sintético de mejora del área superficial que realiza exitosamente la sencilla función de separación del agua con una única capa de medio de filtración en hidrocarburos de baja tensión interfacial. En el documento WO 98/14257 A1 se desvela un elemento de coalescencia que es capaz de separar un fluido de fase continua de un fluido de fase discontinua. El elemento de coalescencia incluye una estructura de envoltura que facilita el proceso de coalescencia conglomerando gotitas más pequeñas del fluido de fase discontinua en gotitas más grandes que pueden ser de un tamaño que evitará que vuelvan a entrar en el fluido de fase continua. Un filtro descrito en el documento EP-1726347 A1 puede comprender una primera tela de filtro y una segunda tela de filtro dispuesta aguas abajo de la primera tela de filtro. Un diámetro de partícula permitido por la segunda tela de filtro puede ser menor que un diámetro de partícula permitido por la primera tela de filtro. Se puede proporcionar un espacio entre la primera tela de filtro y la segunda tela de filtro, permitiendo el paso de materia extraña que tiene un diámetro de partícula superior al diámetro de partícula permitido por la primera tela de filtro. En el documento GB-1395399 A se desvela un elemento de filtrado y coalescencia anular de flujo de salida para separar sólidos y agua de combustible de chorro cuando se bombea a un avión, que comprende un tubo de soporte de metal perforado que tiene en su interior una capa plisada que comprende un material no tejido, un tejido de soporte y una o dos capas de papel de fibra de vidrio, y que tiene fuera una o más capas de fibras sintéticas de fieltro con poros relativamente pequeños y una o más capas de fibras afieltradas naturales, celulósicas, sintéticas y/o de vidrio con poros relativamente grandes. Las capas pueden estar encerradas por una capa de algodón con hilos de metal en las mismas, conectadas a tierra para descargar la electricidad estática y una capa externa con poros de 50-500 micrómetros. Las capas pueden estar en forma de bobinados de material laminar o tubos preformados con o sin costuras empujados sobre el tubo. Una capa descrita en el documento WO 2009/018463 A2 puede estar fabricada de fibra fina de fluoropolímero. La fibra fina se puede fabricar por electrohilado de un disolvente o una mezcla de disolventes. Las capas de la invención son útiles en la filtración general de corrientes de fluidos que incluyen corrientes gaseosas y líquidas. Las capas de fibras finas son también útiles como capas de filtración hidrófobas que pueden usarse para separar el agua de una corriente de hidrocarburos. En el documento GB-2316016 A se describe un sistema de purificación de líquidos para separar un líquido acuoso corrosivo que está disperso en un líquido orgánico continuo que comprende un alojamiento con al menos un conjunto de coalescencia para coalescer el líquido corrosivo, y una zona de separación de líquido dentro del alojamiento. Cada conjunto de coalescencia comprende al menos un elemento que incluye un material de relleno, tal como una estructura fibrosa de fluorocarbono, que tiene una tensión superficial de humectación crítica entre las tensiones superficiales de los dos líquidos. El material de relleno es químicamente inerte al líquido corrosivo. Después de la coalescencia, los dos líquidos se separan en la región ya sea por separación gravitacional, o utilizando un elemento de separación.

Es típico para cualquier medio de coalescencia, poroso, fibroso que sea parte de una estructura de medios de múltiples capas, donde algunas de las capas desempeñan funciones diferentes a la separación de emulsión. En estos casos, las capas pueden o no estar laminadas en conjunto. Las razones para emplear múltiples capas pueden deberse a consideraciones de integridad de medio y/o necesidades de filtración. Respecto a integridad de los medios, se emplean múltiples capas para soportar los medios de coalescencia, porosos, fibrosos o la estructura compuesta, para proteger los medios de coalescencia, porosos, fibrosos de plegadoras rotatorias de alta velocidad, y para proteger el uso final de migración posible de fibras de otras capas de medios. Respecto a las necesidades de filtración, se usan múltiples capas para agregar capacidades de filtración tales como eliminación de partículas, retención de suciedad o adsorción de impurezas para el rendimiento de la coalescencia. Las impurezas pueden consistir de asfaltenos, restos orgánicos, sales, iones o metales. A fin de cumplir con las metas de filtración, así como proteger la integridad de los medios, se requiere una capa en el lado aguas abajo de los medios de coalescencia en un medio de filtración multifuncional.

La incorporación de un medio de coalescencia en una estructura de medio de coalescencia de múltiples capas, multifuncional, con una capa en el lado aguas abajo de la capa de coalescencia, crea la posibilidad de un fallo del medio en hidrocarburos de alto contenido de tensioactivo (es decir, tensión interfacial sub-25) debido a la reemulsificación de las gotas de coalescencia previa. En este aspecto, las gotas de agua de coalescencia deben ser suficientemente grandes para sedimentar a partir del flujo de hidrocarburo en virtud de diferencias de densidad, de otra forma se transportarán fuera del dispositivo de separación con el hidrocarburo seco y se emulsificarán de nuevo en el mismo. Por lo tanto, los medios de coalescencia deben funcionar para agrandar gotitas de agua con tamaño en micrómetros que se encuentran en las emulsiones de hidrocarburos-agua de alto contenido en tensioactivo en gotas de agua de coalescencia de tamaño milimétrico, que pueden sedimentarse de forma gravimétrica del flujo de hidrocarburo seco.

Por las razones apreciadas anteriormente, en hidrocarburos de alto contenido de tensioactivo, el rendimiento de cualquier capa de coalescencia en un medio de múltiples capas, puede reducirse drásticamente por el medio que se emplea convencionalmente en el lado aguas abajo de la capa de coalescencia. Específicamente, los medios convencionales situados en el lado aguas abajo de una capa de coalescencia incluyen medios de colocación en húmedo de celulosa saturada de resina fenólica, poliéster fundido y soplado, hilado y unido y compuestos de fundido y soplado-hilado y unido, e hilado y unido de nylon. Dichos medios convencionales pueden y de hecho reducen drásticamente la función de coalescencia del medio de coalescencia en hidrocarburos que tienen alto contenido de tensioactivo. A modo de ejemplo, la reducción de rendimiento que puede manifestarse a través del uso de dichos medios convencionales aguas abajo de una capa de coalescencia puede estar entre

aproximadamente el 50 y el 100 % del agua emulsificada que queda en el hidrocarburo y de este modo se pasa al uso final del hidrocarburo debido a la reducción del tamaño de gotas de las gotas de agua de coalescencia previa.

5 Sería por lo tanto deseable que pudieran proporcionarse nuevas opciones de medios que sirvieran como capas colocadas en el lado aguas abajo de un medio de coalescencia que realizan las funciones de protección y soporte necesarias, así como para mostrar un área superficial suficientemente elevada para adsorción de agua, para reducir al mínimo la re-emulsificación. En ese aspecto, sería específicamente deseable si un medio que sirve como una capa 10 aguas abajo de una capa de coalescencia no solo desempeñara sus papeles o funciones de protección y soporte tradicionales, sino también proporcionara un área superficial superior para adsorción de agua que la capa de coalescencia. Tal capa aguas abajo servirá para la expansión de la ruta del flujo disponible al agua, y por consiguiente, inducirá el efecto Venturi y reducirá la velocidad de agua respecto al hidrocarburo. Tal reducción de velocidad, a su vez, aumentará la presión de agua dentro de la capa aguas abajo, forzando de esta manera al hidrocarburo a salir de la capa. Estos factores servirán para separar adicionalmente agua del hidrocarburo y facilitar de esta manera mayor coalescencia del agua. Esto es altamente deseable para aplicaciones de separación que implican hidrocarburos que 15 contienen tensioactivo. Por lo tanto, es adicionalmente deseable desarrollar medios capaces de proporcionar funciones de soporte y protección requeridas del medio colocado en el lado aguas abajo de una capa de coalescencia en un medio de coalescencia de múltiples capas, que proporcionen mayor área superficial para adsorción del agua que la disponible en la capa de coalescencia.

20 La presente invención se dirige a cumplir dichos atributos deseables.

Sumario de realizaciones ejemplares

25 Según un aspecto, las realizaciones descritas en la presente memoria proporcionan un medio de separación para separar agua de una emulsión de agua e hidrocarburos, que comprende una capa de coalescencia no tejida fibrosa para recibir la emulsión de agua e hidrocarburos y lograr la coalescencia del agua presente en la misma como una fase discontinua, para lograr que las gotitas de agua de coalescencia tengan un tamaño de 1 mm o superior, y una capa de retención de gotitas, no tejida, fibrosa, aguas abajo de la capa de coalescencia que tiene una gran área superficial BET, de al menos 90 m²/g o superior, suficiente para retener el tamaño de las gotitas de agua de 30 coalescencia, para permitir la separación de las mismas del hidrocarburo.

En ciertas formas preferidas, la capa de retención de gotas de los medios de separación tendrá una gran área superficial BET de al menos 95 m²/g, más preferiblemente de al menos 100 m²/g o superior.

35 La capa de retención de gotas puede comprender una mezcla de fibras que tienen una gran área superficial BET y fibras que tienen una pequeña área superficial BET, y/o pueden comprender un aglutinante de resina. Si se proporciona un aglutinante de resina, lo más preferiblemente incluye un grupo químico polar.

40 Según ciertas realizaciones, los medios de separación pueden comprender al menos una capa adicional colocada entre las capas de retención de gotitas y coalescencia. Por ejemplo, al menos una capa adicional puede ubicarse aguas arriba y/o aguas abajo de la capa de retención de gotas para proporcionar el medio de separación con las propiedades físicas deseadas.

45 Pueden proporcionarse módulos para separar agua de una emulsión de agua e hidrocarburos, que tienen un alojamiento que se proporciona con una entrada para la emulsión y respectivas salidas para agua e hidrocarburo deshidratado, estando el alojamiento dotado de un medio de separación en su interior. El medio de separación proporcionado en el alojamiento comprende preferiblemente una capa de coalescencia no tejida fibrosa para recibir la emulsión de agua e hidrocarburos y lograr la coalescencia del agua presente en la misma como una fase discontinua, para lograr que las gotitas de agua de coalescencia tengan un tamaño de 1 mm o superior, y una capa de retención de gotitas, no tejida, 50 fibrosa, aguas abajo de la capa de coalescencia que tiene una gran área superficial BET, de al menos 90 m²/g o superior, suficiente para retener el tamaño de las gotitas de agua de coalescencia, para permitir la separación de las mismas del hidrocarburo.

55 Según todavía otro aspecto, las realizaciones descritas en la presente memoria proporcionan métodos para separar agua de una emulsión de agua e hidrocarburos, al pasar una emulsión de agua e hidrocarburos a través de una capa de coalescencia, no tejida, fibrosa, para lograr coalescencia del agua presente en la misma como una fase discontinua para lograr gotitas de agua de coalescencia que tienen un tamaño de 1 mm o superior, y después pasar el hidrocarburo y las gotitas de agua de coalescencia a través de una capa de retención de gotitas aguas abajo, que tiene una gran área superficial BET de al menos 90 m²/g o superior, suficiente para retener el tamaño de las gotitas de agua de coalescencia. Las gotitas de agua de coalescencia pueden entonces separarse del hidrocarburo (p. ej., 60 por las diferencias de densidades entre ellas). Preferiblemente, al menos el 90 % en peso del agua en la emulsión se somete a coalescencia en gotitas de agua que tienen un tamaño de 1 mm o superior por la capa de coalescencia.

65 En realizaciones preferidas, el hidrocarburo tiene una tensión interfacial (γ) inferior a 25 mN/m (25 dinas/cm) (es decir, un hidrocarburo sub-25). Por lo tanto, el hidrocarburo puede ser un combustible líquido (p. ej., un combustible biodiésel) que comprende un tensioactivo.

Breve descripción de los dibujos adjuntos

5 Estas y otras características y ventajas se comprenderán mejor y más completamente por referencia a la siguiente descripción detallada de realizaciones ilustrativas no limitantes ejemplares, junto con los dibujos, de los cuales:

la FIGURA 1 es una vista en sección transversal esquemática de un sistema de separación de agua-hidrocarburo que incorpora los medios de separación de la presente invención; y

10 la FIGURA 2 es una vista en sección transversal esquemática ampliada de una realización ejemplar de los medios de separación según la presente invención, que se toma a lo largo de la línea 2-2 en la FIGURA 1.

Definiciones

15 Como se usa en la presente memoria y en las reivindicaciones adjuntas, los términos a continuación pretenden tener las definiciones como se indica a continuación.

Una "emulsión de hidrocarburo-agua" es una mezcla emulsificada de líquidos inmiscibles de hidrocarburos y agua.

"Fibra" se refiere a una hebra fibrosa o filamentaria de longitud extrema o indefinida.

20 "Fibra corta" se refiere a una fibra que se ha cortado a segmentos definidos, relativamente cortos con longitudes individuales predeterminadas.

"Fibroso" se refiere a un material que está compuesto predominantemente de fibras y/o fibras cortas.

"No tejido" se refiere a una colección de fibras y/o fibras cortas en una trama o estera que se enclavan y/o enmarañan de forma aleatoria mecánicamente entre sí.

25 "Fibra sintética" y/o "fibra elaborada por humanos" se refiere a fibras químicamente producidas, elaboradas a partir de sustancias formadoras de fibras incluyendo polímeros sintetizados a partir de compuestos químicos y polímero natural modificado o transformado. Dichas fibras pueden producirse por técnicas convencionales de hilado en fusión, hilado en solución y técnicas de producción de filamentos semejantes.

Una "fibra natural" es una fibra que se obtiene de fuentes animales, minerales o vegetales.

30 "Área superficial BET" se refiere al área superficial (m^2) por peso unitario (g) de un material sólido calculado en general según la metodología de Brunauer-Emmett-Teller (BET) como se describe de forma más completa por S. Brunauer y col., J. Am. Chem. Soc, 1938, 60, 309 (cuyo contenido en su totalidad se incorpora expresamente en la presente por referencia), excepto que se empleó vapor de agua a 21 °C. (Véase también la descripción de los Métodos de Prueba en los siguientes Ejemplos).

35 "BET alto" se refiere a un material que tiene un área superficial BET de 90 m^2/g o superior, más preferiblemente un área superficial BET de 95 m^2/g o superior, y más preferible un área superficial BET de 100 m^2/g o superior.

"BET bajo" se refiere a un material que tiene un área superficial BET inferior a 90 m^2/g .

Un "hidrocarburo sub-25" es un hidrocarburo líquido que tiene una tensión interfacial (γ) inferior a 25 mN/m (25 dinas/cm).

40 **Descripción detallada**

La FIGURA 1 adjunta representa esquemáticamente un módulo ejemplar 10 que incorpora la presente invención. A este respecto, el módulo 10 está dotado de un alojamiento 12 que tiene una entrada 12-1 a través de la cual puede introducirse un flujo de líquido de una emulsión de combustible y agua. El alojamiento 12 también incluye salidas 12-2 y 12-3 para permitir que los flujos de combustible deshidratado (seco) y agua, respectivamente, se descarguen del alojamiento después de la separación.

50 El alojamiento 12 incluye un espacio interior 12-4 para sostener un medio 14 de separación. En la realización ilustrada, el medio 14 de separación está en la forma de una estructura generalmente cilíndrica compuesta por una cantidad de pliegues orientados longitudinalmente. Por supuesto, son posibles otras formas estructurales del medio 14 de separación, por ejemplo, láminas bobinadas en espiral. La emulsión de combustible/agua entra de este modo al núcleo 14-1 del medio 14 y después pasa a través del mismo. Como se conoce bien, debido a las diferencias de densidad, el agua de coalescencia se recolecta en el fondo del alojamiento y se descarga del mismo a través de la salida 12-3. El combustible deshidratado (seco) a su vez se descarga a través de la salida 12-2.

55 Como probablemente se muestra mejor en la FIGURA 2 adjunta, el medio 14 de separación es una estructura de múltiples capas que comprende al menos una capa 16 de coalescencia, no tejida, fibrosa, colocada aguas arriba de una capa 18 de retención de gotas, no tejida, fibrosa. La capa 16 de coalescencia y la capa de retención de gotas pueden colocarse inmediatamente adyacentes entre sí y si se desea pueden ser físicamente laminadas o físicamente conectadas entre sí (p. ej., por cualquier técnica adecuada que se conoce en la técnica, tal como punzonado con agujas, adhesivos, enmarañado con chorro de aire y similares). Como alternativa, una o más capas intermedias 20 pueden interponerse opcionalmente entre la capa 16 de coalescencia aguas arriba y la capa 18 de retención de gotas aguas abajo. Las diversas capas 16, 18 y opcionalmente 20 pueden igualmente estar adyacentes físicamente entre sí o pueden ser laminadas o de otra forma conectadas entre sí por cualquier técnica adecuada conocida en la técnica.

Además (o como alternativa) una o más capas 22 de frente pueden colocarse aguas arriba de la capa 16 de coalescencia, mientras que una o más capas 24 de respaldo pueden proporcionarse aguas abajo de la capa 18 de retención de gotas. Las capas 20, 22 y 24 se seleccionan para diversos atributos funcionales y no necesariamente requieren ser estructuras no tejidas. Por supuesto, estas capas adicionales 20, 22 y/o 24 no deben afectar adversamente la funcionalidad de retención de gotas de la capa 18 de retención de gotas.

La capa de medio de coalescencia puede ser una sola capa o una estructura de múltiples capas. Una realización preferida es una estructura de tres capas que tiene una capa aguas arriba, una capa de coalescencia en una posición intermedia, y una capa de retención de gotas aguas abajo. La capa de retención de gotas puede ser laminada con una capa de medio de coalescencia en una sola lámina de medio de separación. La capa aguas arriba puede ser una capa de filtro o una segunda capa del medio de coalescencia. La capa aguas arriba del medio se proporciona preferiblemente para la filtración de partículas y/o para soportar la estructura y/o para proteger físicamente la capa 18 de retención de gotas. Las pruebas indicaron que la naturaleza del material no tejido aguas arriba ejerce algo de influencia sobre el rendimiento de coalescencia del compuesto. Resultados indicados aquí incluyen muestras que implican cinco capas de soporte aguas arriba separadas. Las capas aguas arriba se seleccionaron para tamaño maximizado de gotas de coalescencia y necesidades de filtración específicas, tales como capacidad de retención de suciedad, adsorción de asfalteno y eficiencia de eliminación de partículas.

La capa 16 de coalescencia del medio 14 de separación puede ser de cualquier tipo adecuado. A este respecto, se selecciona la capa de coalescencia para coalescer una fase discontinua acuosa de la emulsión de combustible y agua en el orden de 0,01 - 500 micrómetros en gotas de agua discretas que tienen tamaños de al menos aproximadamente 1 milímetro hasta aproximadamente 10 milímetros. Esta coalescencia de la fase discontinua acuosa en gotitas de agua discretas se produce a medida que la emulsión pasa a través de la capa 16 de coalescencia.

La capa 16 de coalescencia presenta una gran área superficial para adsorción de agua, creando una longitud de ruta mayor para agua que otros componentes de emulsión. Esta diferencia en longitud de ruta se traduce en diferentes tiempos de elución para agua y otros componentes de la emulsión, lo que da como resultado el enriquecimiento de fase y coalescencia del agua. La separación del agua de la emulsión se produce cuando las gotas acuosas de coalescencia sedimentan gravimétricamente fuera del flujo a medida que sale del lado aguas abajo del medio. La sedimentación se produce debido a que el agua es más densa que los hidrocarburos. A fin de sedimentar efectivamente en un sistema en circulación, las gotas de agua de coalescencia a menudo deben superar el flujo del hidrocarburo purificado, que en muchos casos es contrario al movimiento de las gotas. Como tal, el tamaño de las gotas de agua es crítico para el éxito del medio de coalescencia. Una separación exitosa es favorecida por gotas de agua más grandes. Un medio particularmente preferido que puede emplearse de forma satisfactoria como la capa 16 de coalescencia se describe en la solicitud '864 citada anteriormente.

La capa 18 de retención de gotas es un material no tejido fibroso que muestra una gran área superficial BET, que es un área superficial BET que es al menos un 80 % de 90 m²/g o superior, más preferiblemente un área superficial BET de 95 m²/g o superior, y lo más preferible un área superficial BET de 100 m²/g o superior. La función principal de la capa de retención de gotas es evitar la re-emulsificación de las gotas de agua de coalescencia que se obtiene por la capa 16 de coalescencia aguas arriba, especialmente para hidrocarburos sub-25. Por lo tanto, después de pasar a través de la capa 18 de retención de gotas, las gotas de agua de coalescencia retendrán su tamaño de coalescencia de al menos 1 mm o superior. En otras palabras, la capa 18 de retención de gotas evitará degradación de tamaño de las gotas de agua de coalescencia que se logra por la capa 16 de coalescencia.

En este aspecto, la capa de retención de gotas puede formarse virtualmente de cualquier fibra que posea o pueda ser modificada para poseer una gran área superficial BET. Particularmente se prefiere para su uso como fibras para formar las capas de retención de gotas, fibras naturales, tales como fibras de celulosa o a base de celulosa (p. ej., fibras de origen de madera o vegetales), fibras de algodón, fibras de lana, fibras de seda, fibras de rayón y similares. Las fibras sintéticas formadas de materiales poliméricos formadores de fibras también pueden ser empleadas tales como fibras formadas de poliésteres, poliamidas (p. ej., nylon 6, nylon 6,6, nylon 6,12 y similares), poliolefinas, politetrafluoroetileno y alcohol polivinílico.

En ciertas realizaciones, la capa 18 de retención de gotas puede ser una mezcla de fibras que tienen una gran área superficial BET y fibras que tienen una pequeña área superficial BET. En dichas realizaciones, se prefiere que las fibras de gran área superficial BET estén presentes en una cantidad de al menos aproximadamente 59 % en peso, más preferible al menos aproximadamente 65 % en peso de fibras de gran área superficial BET, siendo el resto fibras de pequeña área superficial BET. Por lo tanto, la capa 18 de retención de gotas comprenderá entre aproximadamente el 59 % en peso al 100 % en peso, preferiblemente entre aproximadamente el 65 % en peso al 100 % en peso, de fibras de gran área superficial BET. Sin embargo, se entenderá que estos intervalos actualmente son realizaciones preferidas de la invención, ya que virtualmente cualquier mezcla de fibras de gran y pequeña área superficial BET pueden emplearse de forma satisfactoria siempre que el medio no tejido total muestre propiedades de gran área superficial BET.

5 La capa 18 de retención de gotas puede proporcionarse opcionalmente con una resina aglutinante para impartir resistencia mecánica aumentada siempre que la resina no afecte adversamente el área superficial BET de la capa 18 de retención de gotas no tejida. Si se emplea, se prefiere que la resina aglutinante sea una que posea un grupo químico polar, para facilitar la adsorción de agua y, por lo tanto, la separación de agua de la emulsión. Las resinas aglutinantes adecuadas que pueden emplearse de manera satisfactoria en la capa de retención de gotas incluyen, aunque no de forma limitativa, resinas de fenolformaldehído, resinas de policarbonato, resinas de ácido poli(acrílico), resinas de ácido poli(metacrílico), resinas de polióxido, resinas de polisulfuro, resinas de polisulfona, resinas de poliamida, resinas de poliéster, resinas de poliuretano, resinas de poliimida, resinas de poli(acetato de vinilo), resinas de poli(alcohol vinílico), resinas de poli(cloruro de vinilo), resinas de poli(vinil piridina), resinas de poli(vinil pirrolidona), así como copolímeros y combinaciones o mezclas de las mismas.

15 La capa de retención de gotas puede ser perforada o formada en patrón (en relieve) utilizando técnicas bien conocidas por los expertos en la técnica. Como alternativa, o adicionalmente, la capa de retención de gotas puede ser tratada por otras técnicas convenientes para lograr una forma conveniente para su aplicación de uso final pretendido. A modo de ejemplo, la capa de retención de gotas puede ser corrugada, crespada, calandrada, impresa, micrexada y similares.

20 Los pesos base de la capa 16 de coalescencia y las capas de retención de gotas no son críticos. Por lo tanto, la capa 16 de coalescencia y/o la capa 18 de retención de gotas pueden tener un peso base de al menos aproximadamente 15 gramos por metro cuadrado (g/m^2), más preferible al menos aproximadamente 35 g/m^2 o hasta aproximadamente 300 g/m^2 . Algunas realizaciones de la capa 16 de coalescencia pueden poseer un peso base de entre aproximadamente 35 hasta aproximadamente 110 g/m^2 .

25 La capa 20 o las capas intermedias opcionales y las capas 22, 24 de frente pueden ser cualquier material tipo lámina que se elige para una función deseada. Por ejemplo, las capas 20, 22 y/o 24 pueden seleccionarse para proporcionar filtración de partículas (p. ej., para atrapar fibras sueltas y otros contaminantes en partículas presentes en la emulsión líquida), además o como alternativa para proporcionar soporte estructural y/o protección de la capa 16 de coalescencia y/o capa 18 de retención de gotas. Por lo tanto, las capas 20, 22 y/o 24 no requieren formarse de un material fibroso pero pueden ser láminas o mallas poliméricas o metálicas que cumplan con la función deseada. Es suficiente decir que el experto en la técnica puede prever diversas estructuras de múltiples capas que poseen los atributos funcionales deseados para una aplicación de uso final determinada, siempre que el agua sea capaz de ser separada de la emulsión de agua y combustible.

35 La presente invención se ilustrará adicionalmente por los siguientes ejemplos no limitantes de la misma.

Ejemplos

Métodos de prueba

40 Las isotermas de adsorción empleadas para aplicación del método BET se determinaron a través de medición gravimétrica de captación de agua por cada capa aguas abajo utilizando el siguiente procedimiento.

45 1. El interior de una cámara de atmósfera inerte se equilibró a humedad relativa constante a través de exposición a una solución salina saturada con presión de vapor relativa conocida a una temperatura constante de $21 \text{ }^\circ\text{C}$. Una báscula con sensibilidad de miligramos se mantuvo dentro de la cámara.

2. Las muestras de capas aguas abajo se introdujeron en la cámara y pesaron diariamente hasta que no se observó cambio en peso. Esto típicamente tardó 1-2 semanas. Los pesos finales de las muestras se registraron.

3. La solución salina saturada se reemplazó con una nueva solución de humedad relativa conocida diferente, y se repitió el proceso de equilibrio/pesado.

50 4. Se usó un total de cinco soluciones salinas saturadas y se muestran con humedad relativa de cámara correspondiente en la tabla a continuación.

Solución salina	Humedad relativa
Cloruro de litio	0,16
Cloruro de magnesio	0,36
Carbonato potásico	0,55
Bromuro sódico	0,64
Cloruro potásico	0,88

55 5. Al terminar las mediciones para la quinta sal, se retiraron muestras de capa aguas abajo de la cámara y secaron en un horno a $175 \text{ }^\circ\text{C}$ durante cinco minutos y pesaron.

6. El peso de agua adsorbida en cada muestra a cada humedad relativa se calculó a partir de la diferencia del peso de muestra dentro de la cámara a cada humedad relativa y el peso de muestra secada al horno.

7. Se completaron las etapas 1-6 por triplicado para cada muestra de capa aguas abajo.

8. En todos los casos, los datos obtenidos de cloruro potásico produjeron una no linealidad en el trazo BET, y se excluyeron del uso en los cálculos de área superficial.

Prueba de medios de separación

5 Los compuestos de tres capas se probaron como medio de separación para separar agua de una emulsión líquida de agua y combustible de hidrocarburo y comprendían una capa aguas arriba (UL), una capa de coalescencia (CL) y una capa aguas abajo (DL) en ese orden respecto a la dirección de flujo de la emulsión. Los medios empleados como la capa aguas arriba (UL), la capa de coalescencia (CL) y la capa aguas abajo (DL) en los Ejemplos se identifican por los códigos en las Tablas 1, 2 y 3, respectivamente, a continuación.

Tabla 1 - Códigos de capa aguas arriba

<u>Código</u>	<u>Descripción</u>
UL1	Medio de filtración sintético de tres capas colocadas en húmedo TRINITEX® (Ahlstrom Corporation)
UL2	Medio de filtración de combustible con alta eficiencia de eliminación de partículas, colocado en húmedo de celulosa saturada con resina fenólica-vidrio (Ahlstrom Corporation)
UL3	Medio de separación de agua/filtración de combustible de alta eficiencia de eliminación de partículas, colocado en húmedo de celulosa saturada con resina fenólica-vidrio hidrófobo (Ahlstrom Corporation)
UL4	Medio de filtración de adsorción de asfalteno, colocado en húmedo, de celulosa saturada con resina fenólica-vidrio (Ahlstrom Corporation)
UL5	Medio de filtración de lubricante de alta eficiencia de eliminación de partículas, de alta capacidad, de colocación en húmedo de celulosa saturada con resina fenólica-vidrio (Ahlstrom Corporation)

15 Tabla 2 - Códigos de capa de coalescencia

<u>Código</u>	<u>Descripción</u>
CL1	27,0 % en peso de vidrio B con diámetro de 0,40 micrómetros; 44,1 % en peso de Fibras Kraft de madera blanda virgen; 18,3 % en peso de fibras de celulosa Lyocell fibriladas; 0,5 % en peso de resina de poliamida-epiclorohidrina (PAE); y 0,2 % en peso de poliácridamida, 6 % de polímero acrílico modificado por Lubrizol Hycar 26138, 4 % de alumbre
CL2	30,0 % en peso de vidrio B con diámetro de 0,65 micrómetros; 49,0 % en peso de Fibras Kraft de madera blanda virgen; 20,3 % en peso de fibras de celulosa Lyocell fibriladas; 0,5 % en peso de resina de poliamida-epiclorohidrina (PAE); y 0,2 % en peso de poliácridamida (Ejemplo 2 de la solicitud US-12/014.864)
CL2P	Igual que la Muestra CL2 excepto que se produce en una máquina de papel en lugar de equipo de laboratorio

Tabla 3 - Códigos de capa aguas abajo

Ident. DL	Nombre del producto	Peso base (g/m ²)	Patrón de apertura	Componentes de materia prima (%)						Resina		Área superficial BET (m ² /g)
				Celulosa	Rayón	Lyocell	PP	PE	Nylon	Tipo	Cant. (% en peso)	
BH	Ahlstrom 2P-96	116	ninguno	100	-	-	-	-	-	PF	22,5	89
A	Cerex Advanced Fabrics Cerex 23 Fiberweb	10	ninguno	-	-	-	-	-	100	-	-	85
E	Reemay 2250	17	ninguno	-	-	-	-	100	-	-	-	3
BC	Ahlstrom FF 34/1900 PBT PB SM	34	ninguno	-	-	-	-	100	-	-	-	3
BD	Johns Manville JM 6014011	42	ninguno	-	-	-	-	100	-	-	-	9
BE	Fiberweb Reemay 2016	46	ninguno	-	-	-	-	-	100	-	-	5
BF	Ahlstrom 25613	80	ninguno	-	-	-	-	100	-	-	-	36
BG	Cerex Advanced Fabrics Spectrama x 102	102	ninguno	-	-	-	-	-	100	-	-	76
D	Ahlstrom EX-180	44	apertura	-	100	-	-	-	-	Acrílico (50 %) + PVA	16,3	167

										(50 %)		
AQ	Ahlstrom EX-182	44	apertura	-	100	-	-	-	-	Acrílico (50 %) + PVA (50 %)	12	168
AY	Ahlstrom SX-159	61	0,707 mm (malla 24)	-	-	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	0,707 mm (malla 24)	-	0-35	35-70	-	30	-	PVA	1,5	116
C	Ahlstrom 268B	68	FT-10	-	-	70	-	30	-	PVA	2,0	127
J	Ahlstrom SX-71	40	ninguno	-	100	-	-	-	-	-	-	206
K	Ahlstrom SX-6	40	ninguno	-	-	-	-	100	-	-	-	<1
L	Ahlstrom SX-441	40	ninguno	-	-	50	-	50	-	-	-	89
M	Ahlstrom SX-712	40	ninguno	-	-	30	-	70	-	-	-	51
N	Ahlstrom SX-362	40	ninguno	-	-	65	-	35	-	-	-	109
R	Ahlstrom 149075	54	ninguno	-	70	-	30	-	-	-	-	136
S	Ahlstrom 200	55	ninguno	-	25-50	25-0	-	50	-	-	-	85
W	Ahlstrom 11222	55	ninguno	80	20	-	-	-	-	-	-	139
Y	Ahlstrom SX-329	60	ninguno	-	80	-	-	20	-	-	-	153
AE	Ahlstrom 278	78	ninguno	-	70	-	-	30	-	-	-	137
AG	Ahlstrom SX-374	80	ninguno	-	60	-	-	40	-	-	-	131
AH	Ahlstrom SX-371	80	ninguno	-	80	-	-	20	-	-	-	167
AI	Ahlstrom SX-220	80	ninguno	-	-	-	-	100	-	-	-	4
AJ	Ahlstrom SX-705	80	ninguno	-	-	70	-	30	-	-	-	119
AK	Ahlstrom 160020	81	ninguno	-	100	-	-	-	-	-	-	204
AL	Ahlstrom SX-55	81	ninguno	-	100	-	-	-	-	-	-	192
AM	Ahlstrom 140300	81	ninguno	-	70	-	-	30	-	-	-	133
AN	Ahlstrom SX-602	90	ninguno	-	-	100	-	-	-	-	-	170
AO	Ahlstrom SX-617	105	ninguno	-	-	70	-	30	-	-	-	121
AP	Ahlstrom SX-570	107	ninguno	-	-	100	-	-	-	-	-	171
Notas: PP = polipropileno PE = poliéster PF - fenol-formaldehído PVA = acetato de polivinilo												

Las capas empleadas en los compuestos de tres capas probados también se seleccionaron para determinar uno o más atributos funcionales que son idénticos por los códigos de función en la siguiente Tabla 4:

5 Tabla 4

Código de función	Descripción
1	Soporte compuesto
2	Filtración de partículas
3	Coalescencia de agua
4	Retención de gotas
5	Protección de capa de coalescencia
6	Protección de uso final contra migración de fibras

10 Las muestras se probaron en una plataforma de banco de pruebas de separador de agua-combustible de lámina plana que modela la prueba de la Society of Automotive Engineers (SAE) J1488. El banco de pruebas consiste en un bucle de emulsificación y un bucle de prueba. Se emulsificó agua desionizada destilada al 0,25 % (2500 ppm) a 26-30 °C en combustible utilizando una bomba centrífuga de 0,75 kw acoplada mecánicamente 1MC1E4C0 de Gould (3,18 (i) x 2,54 (o) x 13,18 (imp.) cm) regulada a un caudal de 0,46 m³/h (7,6 LPM). La emulsión de agua-combustible resultante se hizo circular a través del bucle de emulsificación que pasó la emulsión a través de un cambiador de calor y un banco de filtros de limpieza antes de devolver el combustible seco al colector. En la realización de prueba en B40 (biodiésel al 40 %/ULSD al 60 %), el combustible se secó a 500-1500 ppm de agua utilizando un banco de cuatro filtros separadores convencionales que se ejecutan en serie.

Una corriente desviada de emulsión se hizo circular desde el bucle de emulsificación al bucle de prueba. En el bucle de prueba, se pasó la emulsión a través del soporte de la muestra de lámina plana a una velocidad frontal de 1,22 cm/min. La salida del portamuestras se devolvió al bucle de emulsificación aguas arriba del cambiador de calor. Todas las líneas de transferencia de emulsión aguas arriba fueron de diámetro suficientemente pequeño para exceder los objetivos de velocidad de SAE-J1488. La prueba se realizó durante 90 o 150 minutos retirando muestras de colector y aguas arriba/aguas abajo en intervalos alternos de 10 minutos.

La emulsión empleada en la prueba de los ejemplos fue diésel de ultra bajo contenido de azufre (ULSD) Tipo 2D de BP Products, NA, Naperville, IL. El biodiésel era soyato de metilo obtenido en Renewable Energy Group, Ralston, IA. La mezcla empleada fue del 40 por ciento en peso de biodiésel en ULSD. Siguiendo con la nomenclatura industrial, la mezcla resultante se identificó como B40. El agua destilada, 3,4 uS/cm (3,4 umho/cm), era agua destilada en botella Great Value, libre de sodio comercialmente disponible en Wal-Mart, Estados Unidos.

Las muestras de emulsión se homogeneizaron durante al menos un minuto en un aparato Cole Parmer Ultrasonic Bath Modelo N.º 08895-04. El contenido de agua se midió utilizando un titulador Karl Fischer Mettler Toledo Modelo D39, y se indica en partes por millón (ppm). Una regla métrica dentro de la cámara de prueba aguas abajo se empleó para medir el tamaño de gotas de agua que salían del medio.

Se usaron dos métricas de rendimiento para determinar la capacidad de separación de agua del medio coalescente, concentración de agua aguas abajo y tamaño de gotas de agua de coalescencia. La concentración de agua aguas abajo se determina a partir de la titulación Karl Fischer de muestras de combustible recolectadas en el flujo de ingreso del lado aguas abajo del medio de múltiples capas. Mide la cantidad de agua en el combustible aguas abajo de la capa de coalescencia en partes por millón (ppm), basado en masa. Claramente, menores niveles de agua titulada corresponden a mejor rendimiento de la eliminación de agua. En el caso del rendimiento de la capa aguas abajo, sin embargo, la concentración de agua aguas abajo era una métrica de rendimiento menos importante. Este es el caso debido a que el trabajo de la capa aguas abajo se realizó en B40 utilizando una capa de coalescencia extremadamente eficiente. Las concentraciones de agua de 400 - 600 ppm son típicas en mezclas B40 con esta capa de coalescencia. Una capa no tejida aguas abajo no aumentará drásticamente la concentración de agua que se espera para esta capa de coalescencia. Además, las titulaciones Karl Fischer en mezclas de biodiésel tienen varianza significativa. Típicamente, una capa corriente abajo se consideró que tenía impacto negativo en la concentración de agua aguas abajo, cuando la concentración titulada aumentó por encima de 800 ppm. Las concentraciones de agua aguas abajo se midieron en los minutos 10 y 90 de las pruebas de 90 minutos aquí notificadas.

El éxito de cualquier capa de coalescencia depende de las gotitas de agua de coalescencia que caen gravimétricamente de una contracorriente de combustible en el lado aguas abajo del medio. Muchos elementos de filtro de coalescencia crean un flujo de combustible de alta velocidad en el lado aguas abajo del elemento de coalescencia. Las gotitas de agua de coalescencia deben ser suficientemente grandes para sedimentar del flujo de alta velocidad; de otra forma, serán arrastradas en el ingreso, y re-atrapadas en el combustible. Este re-atrapamiento constituye una incapacidad del medio para hacer coalescer el agua, ya que el agua se encuentra en las titulaciones Karl Fischer de muestras de combustible aguas abajo. Como tal, los medios que producen gotas de 1,0 mm son medios de mejor coalescencia que los que producen gotas de 0,1 mm. Además, los medios que crean gotas de 3,0 mm son mejores que aquellos que crean gotas de 1,0 mm. Finalmente, los medios que no crean gotas, pero producen una corriente de agua que fluye hacia abajo por el frente del medio o hacia abajo por el centro del medio se considera que son los mejores, ya que no hay disponibles gotas para el arrastre en el flujo de combustible de alta velocidad. Las gotas que tienen un diámetro inferior a 1,0 mm se denominan "ángeles" en aplicaciones de combustible de chorro. La presencia de estos ángeles en el "lado seco" de un elemento de coalescencia de combustible de chorro es un signo de fallo del elemento.

También se encontró tradicionalmente que los medios de coalescencia producen espuma en el lado aguas abajo. La producción de espuma es nociva para la separación de agua. La espuma consiste en agua enriquecida con combustible, y es menos densa y más voluminosa que el agua. Como resultado, resiste a la compactación y sedimentación requeridas para una exitosa eliminación de agua. La espuma llena espacios aguas abajo y eventualmente es arrastrada fácilmente en los ingresos de combustible, volviendo a atrapar agua en el combustible.

Un objetivo de tamaño de gotas de 1,0 mm y más grandes se ajustó para el medio laminado de tres capas según los ejemplos. Este límite se basó en tamaños de gotas de agua de coalescencia de 1,0 - 1,7 mm generadas rutinariamente por las capas de coalescencia empleadas en los ejemplos en ausencia de una capa corriente abajo. Una aparición persistente de gotas de <1,0 mm y producción de espuma se consideraron características de fallo. La ausencia de gotas y la creación de una corriente de agua hacia abajo por el frente del medio se consideró una característica de paso ya que no estuvieron gotas disponibles para barrido en los ingresos. El tamaño de las gotas de agua se midió utilizando inspección visual a los minutos 10 y 90 de las pruebas de 90 minutos empleadas en los ejemplos.

Los resultados de prueba aparecen en la Tabla 5 a continuación.

Tabla 5

Descripción de medio compuesto				Rendimiento del medio compuesto en lámina plana SAE J1488						Resultado de la capa de retención de gotas	Área superficial DL BET (m ² /g)
Dirección del flujo de emulsión 				Tamaño de gota (mm) en el momento de la prueba		Concentración de agua (ppm) en el momento de la prueba		Corriente de agua			
				10 minutos	90 minutos	10 minutos	90 minutos				
Función ² UL ¹ 1, 2	Función CL ³ 3	Función DL ⁵ 1, 4, 5, 6	Método de laminación ⁴								
UL2	CL2P	ninguno	1	ND	1,0-1,7 ⁷	499	530	ninguna, únicamente gotas	ND	ND	
UL2	CL2P	BH	1	0,1-0,8 ⁸	0,1-0,8	315	381	ninguna, únicamente gotas	-	89	
UL1	CL1	A	1	0,1-0,8	0,1-0,8	484	655	ninguna, únicamente gotas	-	85	
UL1	CL2	E	1	0,1-0,8	0,1-0,8	644	1053	ninguna, únicamente gotas	-	3	
UL2	CL2P	BC	2	0,1-0,8	0,1-0,8	679	931	ninguna, únicamente gotas	-	3	
UL2	CL2P	BD	2	0,1-0,8	0,1-0,8	739 ⁹	880	ninguna, únicamente gotas	-	9	
UL2	CL2P	BE	2	0,1-0,8	0,1-0,8	541 ⁹	647	ninguna, únicamente gotas	-	5	
UL2	CL2P	BF	2	0,1-0,8	0,1-0,8	659	1009	ninguna, únicamente gotas	-	36	
UL2	CL2P	BG	2	0,1-0,8	0,1-0,8	390	445	ninguna, únicamente gotas	-	76	
UL1	CL1	D	1	ND	2,0-6,5	480	527	sí, con gotas	sí	167	
UL1	CL2P	D	1	2,5-3,0	2,5-3,0	491	527	ninguna, únicamente gotas	sí	167	
UL1	CL2P	AQ	1	ND	3,5-4,0	475	550	sí, con gotas	sí	168	
UL2	CL2P	AQ	1	ND	3,0-4,5	514	510	sí, con gotas	sí	168	
UL3	CL2P	AQ	1	2,0-2,5	3,5-4,5	442	537	sí, con gotas	sí	168	
UL2	CL2P	AQ	2	1,0	1,0-3,0	391	522	ninguna, únicamente gotas	sí	168	
UL2	CL2P	AY	2	1,2-1,5	1,0-1,2	177	269	ninguna, únicamente gotas	sí	114	
UL2	CL2P	AZ	2	1,5	1,0-1,3	184	248	ninguna, únicamente gotas	sí	113	
UL2	CL2P	V	2	1,0	1,0-1,2	707	791	ninguna, únicamente gotas	sí	116	
UL1	CL1	C	1	ND	1,5-3,0	465	528	ninguna, únicamente gotas	sí	127	
UL2	CL2P	J	2	1,0	1,5-2,5	287	534	ninguna, únicamente	sí	206	

ES 2 629 866 T3

								gotas		
UL2	CL2P	K	2	0,1-0,7	0,1-0,7	423	734	ninguna, únicamente gotas	-	<1
UL2	CL2P	L	2	0,1-1,2	0,1-1,2	461	509	ninguna, únicamente gotas	-	89
UL2	CL2P	M	2	0,1-1,0	0,1-1,0	505	578	ninguna, únicamente gotas	-	51
UL2	CL2P	N	2	1,0	0,8-1,5	732	794	ninguna, únicamente gotas	sí	109
UL1	CL2P	R	1	1,0-1,3	1,0-1,5	487	505	ninguna, únicamente gotas	sí	136
UL1	CL2	S	1	ND	0,1-2,0	454	515	ninguna, únicamente gotas	-	85
UL2	CL2P	S	2	0,5-1,4	0,5-1,2	230	277	ninguna, únicamente gotas	-	85
UL1	CL2	W	1	sin gotas	sin gotas	510	530	sí, sin gotas	sí	139
UL2	CL2P	Y	2	1,0	1,0-1,2	408	510	ninguna, únicamente gotas	sí	153
UL2	CL2P	AE	1	sin gotas	sin gotas	455	528	sí, sin gotas	sí	137
UL2	CL2P	AE	2	3,0	3,0-5,5	373	513	ninguna, únicamente gotas	sí	137
UL2	CL2P	AG	2	2,0	1,5-2,0	390	543	ninguna, únicamente gotas	sí	131
UL2	CL2P	AH	2	1,0-1,2	1,0-1,2	424	509	ninguna, únicamente gotas	sí	167
UL2	CL2P	AI	2	0,1-0,7	0,1-0,7	386	579	ninguna, únicamente gotas	-	4
UL2	CL2P	AJ	2	1,5-2,0	1,0-2,0	396	502	ninguna, únicamente gotas	sí	119
UL1	CL2P	AK	1	sin gotas	sin gotas	509	537	sí, sin gotas	sí	204
UL2	CL2P	AK	2	sin gotas	sin gotas	369	515	sí, sin gotas	sí	204
UL4	CL2P	AK	2	sin gotas	sin gotas	440	510	sí, sin gotas	sí	204
UL5	CL2P	AK	2	sin gotas	sin gotas	443	517	sí, sin gotas	sí	204
UL2	CL2P	AL	2	sin gotas	sin gotas	465	529	sí, sin gotas	sí	192
UL2	CL2P	AM	2	1,0-2,0	2,0-2,5	419	511	ninguna, únicamente gotas	sí	133
UL2	CL2P	AN	2	2,0	sin gotas	396	503	sí, sin gotas	sí	170
UL2	CL2P	AO	2	1,5-2,0	1,0-2,5	473	534	sí, con gotas	sí	121
UL2	CL2P	AP	2	sin gotas	sin gotas	383	557	sí, sin gotas	sí	171

¹ Códigos de capa aguas arriba definidos en la Tabla 1

² Códigos de función de capa definidos en la Tabla 4

³ Códigos de capa de coalescencia definidos en la Tabla 2

⁴ Métodos de laminación: 1 = Capas prensadas junto con adhesivo de trama en placa caliente a 205 °C; 2 = capas y adhesivo de trama en tensión sobre una superficie curvada con 5,0 kg de peso en un horno a 205 °C

⁵ Códigos de medio de capa aguas abajo definidos en la Tabla 3

⁷ El tamaño de gota se midió en el minuto 60, no había datos disponibles para el minuto 90

⁸ Prueba realizada en biodiésel al 20 % (B20), una mezcla de combustible menos severa en comparación con B40

⁹ Valoración realizada en el minuto 30, no había datos disponibles para el minuto 10

10 Como muestran los datos en la Tabla 5, los medios en la capa aguas abajo (DL) que tenían una gran área superficial BET mostraron características de rendimiento de capa de retención de gotas. Específicamente, el

medio DL que tenía un área superficial BET de al menos $90 \text{ m}^2/\text{g}$ o superior fue suficiente para retener el tamaño de 1 mm o superior de las gotas de agua en coalescencia por la capa de coalescencia (CL).

REIVINDICACIONES

1. Medio (14) de separación para separar agua de una emulsión de agua e hidrocarburo que comprende tensioactivo, comprendiendo el medio:
 - 5 una capa (16) de coalescencia no tejida fibrosa para recibir la emulsión de agua e hidrocarburo y someter a coalescencia el agua presente en la misma como una fase discontinua para conseguir gotitas de agua en coalescencia que tienen un tamaño de 1 mm o superior; y
 - 10 una capa (18) de retención de gotas no tejida fibrosa aguas abajo de la capa (16) de coalescencia, **caracterizado por que** dicha capa de retención tiene una gran área superficial BET de al menos 90 m²/g o superior suficiente para retener el tamaño de las gotitas de agua en coalescencia para permitir la separación de las mismas del hidrocarburo.
2. El medio (14) de separación de la reivindicación 1, en donde la capa (18) de retención de gotas tiene una gran área superficial BET de al menos 95 m²/g o superior.
3. El medio (14) de separación de la reivindicación 1, en donde la capa (18) de retención de gotas tiene una gran área superficial BET de al menos 100 m²/g o superior.
4. El medio (14) de separación de la reivindicación 1, en donde la capa (18) de retención de gotas comprende una mezcla de fibras que tienen una gran área superficial BET y fibras que tienen una pequeña área superficial BET.
5. El medio (14) de separación de la reivindicación 1, en donde la capa (18) de retención de gotas comprende un aglutinante de resina.
6. El medio (14) de separación de la reivindicación 1, en donde el aglutinante de resina incluye un grupo químico polar.
7. El medio (14) de separación de la reivindicación 1, que además comprende al menos una capa adicional (20) adyacente a una de las capas (16, 18) de coalescencia y de retención de gotas.
8. El medio (14) de separación de la reivindicación 7, en donde la al menos una capa adicional (20) se sitúa entre las capas (16, 18) de coalescencia y de retención de gotas.
9. El medio (14) de separación de la reivindicación 7, en donde la al menos una capa adicional (20) se sitúa aguas arriba de la capa (16) de coalescencia.
10. El medio (14) de separación de la reivindicación 7, en donde la al menos una capa adicional (20) se sitúa aguas abajo de la capa (18) de retención de gotas.
11. Un módulo (10) de separación para separar agua de una emulsión de agua e hidrocarburo que comprende un alojamiento (12) que tiene una entrada (12-1) para la emulsión y salidas respectivas (12-2, 12-3) para el agua y el hidrocarburo deshidratado, y un medio (14) de separación según la reivindicación 1 dentro del alojamiento (12).
12. Un método para separar agua de una emulsión de agua e hidrocarburo que comprende tensioactivo, en un medio de separación según la reivindicación 1, comprendiendo el método:
 - 50 (a) pasar una emulsión de agua e hidrocarburo a través de una capa (16) de coalescencia no tejida fibrosa para coalescer el agua presente en la misma como una fase discontinua para conseguir gotitas de agua en coalescencia que tienen un tamaño de 1 mm o superior; y
 - 55 (b) pasar el hidrocarburo y las gotitas de agua en coalescencia a través de una capa (18) de retención de gotitas aguas abajo que tiene una gran área superficial BET de al menos 90 m²/g o superior suficiente para retener el tamaño de las gotitas de agua en coalescencia; y
 - (c) separar las gotitas de agua en coalescencia del hidrocarburo.
13. El método de la reivindicación 12, en donde el hidrocarburo tiene una tensión interfacial (γ) inferior a 25 mN/m (25 dinas/cm).
14. El método de la reivindicación 13, en donde el hidrocarburo es un combustible líquido que comprende un tensioactivo.
15. El método de la reivindicación 14, en donde el combustible líquido es un combustible que comprende biodiésel.

16. El método de la reivindicación 12, en donde la etapa (a) se pone en práctica de manera que al menos el 90 % en peso del agua en la emulsión experimente coalescencia en gotitas de agua que tienen un tamaño de gotita de 1 mm o superior.
- 5 17. El método de la reivindicación 16, en donde la etapa (b) se pone en práctica de manera que las gotitas de agua en coalescencia retengan un tamaño de gotita de 1 mm o superior.
18. El método de la reivindicación 12, en donde la etapa (c) se pone en práctica permitiendo que las gotitas de agua se separen del hidrocarburo por una diferencia de densidad entre las mismas.
- 10

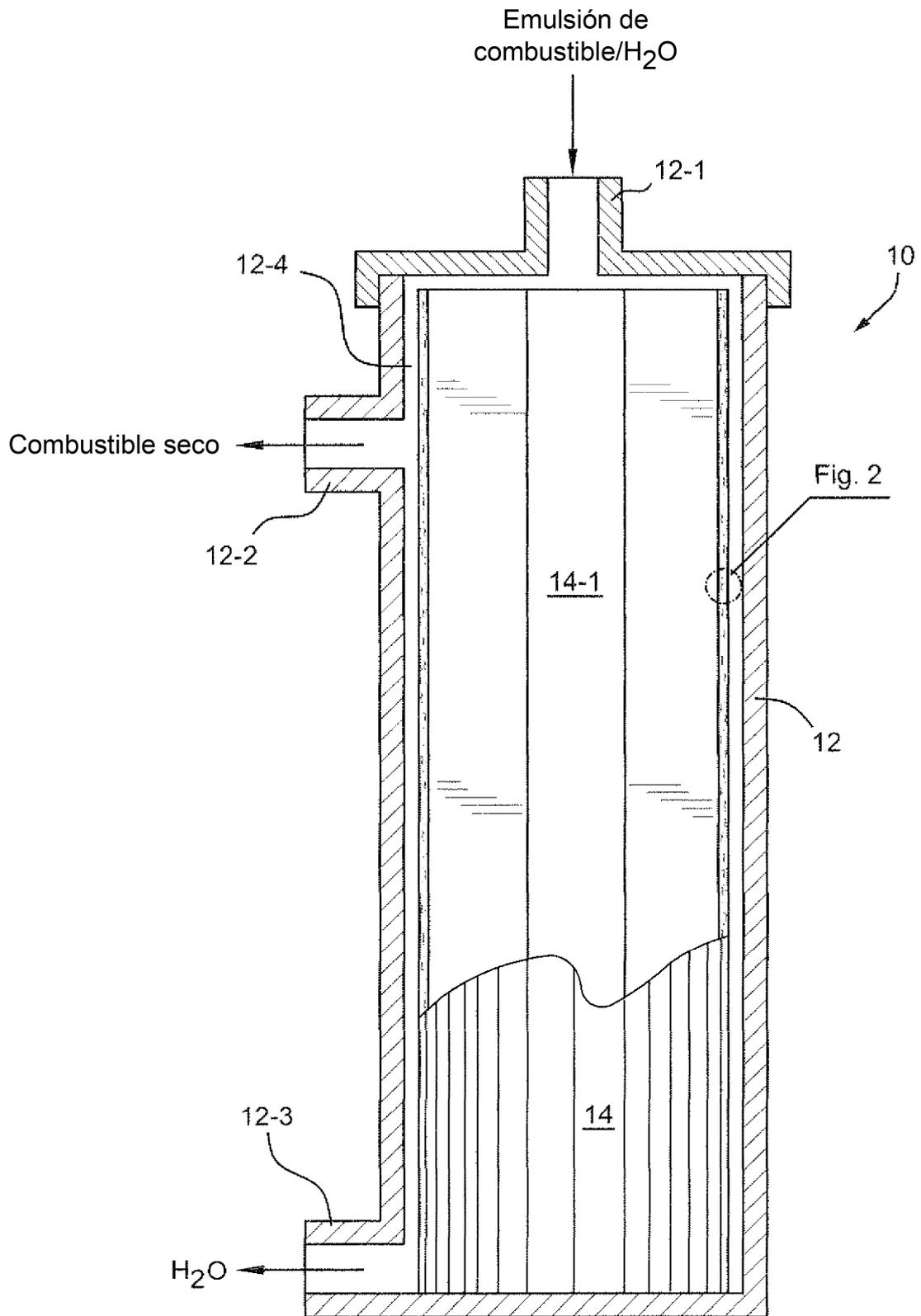


Fig. 1

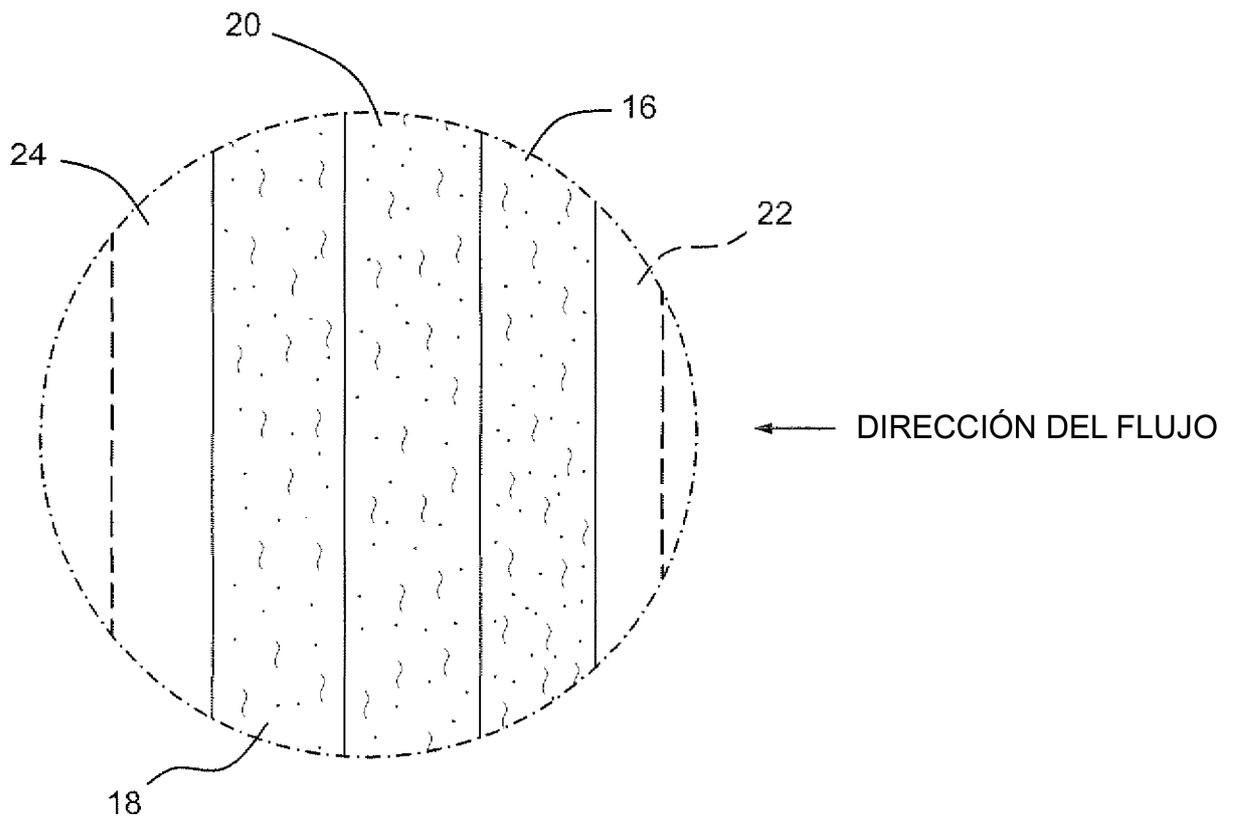


Fig. 2