http://pmse.scu.edu.cn

超疏水三聚氰胺海绵粉末的制备及破乳性能

邓志鹏，赵学之，冯玉军
（四川大学高分子研究所 高分子材料国家重点实验室，四川 成都 610065）

摘要：通过氯化铝溶液和甲基三氯硅烷溶液两步浸泡法制备了一种超疏水三聚氰胺海绵粉末，并对改性样品进行了扫描电镜、红外光谱和X射线光电子能谱分析。从微观结构和化学组成两方面共同揭示了粗糙度增加、硅烷化以及金属离子配位三者协同作用的超疏水转变机理。验证了压实的改性三聚氰胺粉末作为过滤材料用于“油包水”乳液高效分离的性能，讨论了润湿性、压实程度、初始含水率及粒径大小对于海绵粉末破乳性能的影响，发现适当提高材料疏水性、粉末压实程度，降低乳液初始含水率、减小粉末粒径可以有效改善其破乳效率。

关键词：超疏水；三聚氰胺海绵粉末；油水分离；乳液
中图分类号：TQ323.3 **文献标识码**：A **文章编号**：1000-7555（2023）08-0001-08

全球工业的持续蓬勃发展不可避免地伴随着大量油水混合物的产出，这些工业产物如果不能被及时有效地处理，将会极大地影响企业效益并严重污染环境[1]。根据外观形貌，这些混合物主要可以分为层状油水混合物和乳状油水混合物[2]，其中后者因为表面活性剂的乳化作用而具有相对较好的动力学稳定性，如何对其进行高效分离一直是困扰工业界的难题[3]。

传统的乳液分离方法都存在一定的自限性[4]，例如，离心分离、电脱水、气浮分离等物理方法能耗高、效率低且需大型仪器设备辅助；化学破乳法适应性差，且由于破乳剂本身的毒性和腐蚀性易造成二次污染[5]；生物法成本高、机理不明晰，尚未被广泛地使用。目前，一种通过材料润湿性尤其是超润湿性来实现乳液高效快速分离的方法逐渐受到关注[6~8]，该方法通过对材料进行修饰改性以改变其表面粗糙结构及表面能，使得其具备不同的油水选择性从而达到乳液分离的目的。

三聚氰胺海绵由于其来源广泛、价格低廉、易于改性且具有优异的储油性能而被视作良好的改性基材。Ding等[9]利用过渡金属盐溶液浸泡三聚氰胺海绵的方法使其获得疏水性，测得水接触角约为130°；高慧敏等[10]通过氯硅烷溶液浸渍的方法也获得了最大水接触角为143°的疏水三聚氰胺海绵。然而这2种改性方法均未能将海绵改性至超疏水，并且制得的海绵块均只能对层状油水混合物进行有效分离，鲜见将三聚氰胺海绵直接用于乳液高效分离的相关报道，主要是因为多孔海绵无法满足乳液分离对于孔径的要求，其本身数百微米的大孔结构使得乳液中微纳尺寸的分散相液滴也能轻易通过而不能实现油水分离，Yang等[11]发现未经压缩的超疏水三聚氰胺海绵块对于正己烷包水乳液的破乳效率仅能达到22.87%，

针对以上问题，本文的思路是首先通过高速粉碎使其变为小粒径的粉末颗粒，然后将其依次在氯化铝溶液和甲基三氯硅烷溶液中浸泡以实现超疏水改性，再通过压实作用进一步降低其内部通道尺寸，以满足乳液分离对于材料润湿性和孔径大小的要求。通过结构表征并结合相关文献分析，明晰了海绵粉末由超亲水向超疏水转变的机理；借助重力破乳实验，验证了压实的改性海绵粉末作为过滤材料用于油包水乳液高效分离的优异性能；此外还考察了相关物性参数对于改性海绵粉末破乳性能的影响。

doi:10.16865/j.cnki.1000-7555.2023.0171
收稿日期：2023-04-28
基金项目：国家自然科学基金石油化工联合基金A类项目（U1762218）
通讯联系人：冯玉军，主要从事智能及水溶性高分子材料研究，E-mail：yjfeng@scu.edu.cn

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

三聚氰胺海绵（MS）：北京可琳美新材料有限公司；六水合氯化铝（$AlCl_3 \cdot 6H_2O$）：≥97%，郑州派尼化学试剂厂；甲基三氯硅烷（MTCS）：98%，上海泰坦科技有限公司；正己烷：≥97%，天津福晨化学试剂有限公司；正十二烷：≥98%，天津市科密欧化学试剂有限公司；表面活性剂Span-80：无锡亚泰联合化工有限公司；清洗海绵用石油醚和乙醇：成都市海鸿试剂厂；实验用水：使用超纯水净化系统（CDUPT-III，成都超纯科技有限公司）自制的超纯水，电阻率为18.25 MΩ·cm。

粉碎机：FTT 1000A，房太电器有限公司；扫描电子显微镜：Thermo Quattro S，美国Thermo公司；傅里叶变换红外光谱仪：Nicolet 380，美国Nicolet公司；射线光电子能谱仪：Axis Supra X，英国Kratos公司；光学接触角测量仪：DSA 25，德国Krüss公司；微量水分测定仪：Byes 8A，邦亿精密量仪有限公司；激光粒度仪：MS2000，英国Malvern公司。

1.2 疏水海绵粉末制备

改性三聚氰胺粉末的制备主要分为3个步骤。

1.2.1 粉碎：首先将三聚氰胺海绵剪成小块并放入粉碎机中在约3.2×10^4 r/min的额定转速下粉碎4 min得到海绵粉末，并先后在石油醚、乙醇中超声清洗，最后干燥得到干净海绵粉末。

1.2.2 A^{l3+}离子改性：将上述海绵粉末加入0~100 mmol/L的$AlCl_3$水溶液中浸泡2 h，通过抽滤回收海绵粉末，并在90 ℃烘箱中干燥得到Al^{3+}改性三聚氰胺海绵粉末。

1.2.3 氯硅烷改性：将Al^{3+}改性的三聚氰胺海绵粉末放入体积分数为0%~1.0%的甲基三氯硅烷的正己烷溶液中浸泡30 min后抽滤，经90 ℃烘箱干燥后获得目标海绵粉末。

按照上述方法制备了系列三聚氰胺海绵粉末样品，并按照MS-氯化铝浓度-甲基三氯硅烷体积分数的命名规则进行编号，其对应改性条件见Tab.1。

1.3 测试与表征

1.3.1 润湿性测试：用光学接触角测量仪对比研究了各样品的润湿性。首先，将制得的三聚氰胺海绵粉末在模具中压实为平整的圆形薄片，在空气氛围内用微量注射器一次性推出8 μL去离子水滴，使用座滴法向上移动待测样品使液滴滴于样品表面，用标准CCD摄像机拍摄液滴图像，并测量样品水接触角（WCA）。

1.3.2 表面形貌表征：用扫描电子显微镜（SEM）以10 kV的加速电压对喷金处理后样品MS-50-1.0表面形貌进行观察，并以样品MS-0-0作为对照。

1.3.3 化学结构表征：用傅里叶变换红外光谱仪（FT-IR）对代表性样品MS-50-1.0的化学结构进行表征，并以样品MS-0-0作为对照。取少量干燥样品并用微量溴化钾研磨成极细粉末，压成透明薄片后用夹持工具固定好，然后一同放入红外光谱仪中在400~4000 cm^{-1}的波长范围内进行扫描，其中扫描次数为32次，分辨率为4 cm^{-1}。

1.3.4 元素组成分析：用X射线光电子能谱仪（XPS）分析了样品MS-50-1.0的元素组成及其表面化学状态，并以样品MS-0-0作为对照。测试时入射光为单色Al KαX射线，全谱扫描功率为75 W（15 kV，5 mA），高分辨率精细谱扫描功率为150 W（15 kV，10 mA），各谱图均用284.6 eV的C 1s峰定标。

1.3.5 油包水乳液分离性能分析：首先，将去离子水与正十二烷按照一系列体积比混合，然后加入质量分数0.1%的Span-80表面活性剂，将混合体系在约4×10^3 r/min的转速下充分乳化2 h以制备稳定的

Tab. 1 Samples and corresponding fabrication conditions

Sample	Grinding time /min	C_{AlCl_3} /(mmol·L^{-1})	φ_{MTCS} /%	t /℃
MS-0-0	4	0	0	90
MS-50-0	4	50	0	90
MS-0-0.5	4	0	0.5	90
MS-50-0.5	4	50	0.5	90
MS-100-0.5	4	100	0.5	90
MS-50-1.0	4	50	1.0	90

φ:volume fraction

“油包水”(W/O)乳液。将20 mL上述乳液倒入底部填有不同压实程度、不同粒径的各改性三聚氰胺海绵粉末样品的透明玻璃管,并在重力作用下进行破乳实验,观察破乳前后乳液及滤液的外观差异,按式(1)和式(2)分别计算破乳通量及破乳效率

$$F=\frac{V}{S\cdot S} \tag{1}$$

$$\eta_{\mathrm{d}}=\frac{c_{\mathrm{b}}-c_{\mathrm{a}}}{c_{\mathrm{b}}} \tag{2}$$

式中:V——破乳体积,L;S——玻璃管横截面积,m^2;t——破乳时间,h;c_b和c_a——分别代表破乳前后乳液及滤液中的含水率,%,该值通过微量水分测定仪测得。

为了考察相关物性参数对于海绵粉末破乳性能的影响,以期获得最佳破乳效果,分别进行了以下对比实验:

(1)润湿性:选取具有一定润湿性差异的样品MS-0-0,MS-50-0,MS-0-0.5以及MS-50-1.0分别对1%含水率的正十二烷包水乳液进行重力破乳实验,每次实验时各样品粉末质量均为1 g且压实程度均为60%;

(2)压实程度:首先将1 g样品MS-50-1.0加入玻璃管中并记录其自然堆积状态下的体积,分别对其进行0%~60%的压缩,同样对初始含水率为1%的正十二烷包水乳液进行重力破乳实验;

(3)初始含水率:按照不同的油水体积比分别配置了初始含水率为1%,2%,5%,10%和20%的正十二烷包水乳液,并分别进行破乳实验,同样地,每次实验所用海绵均为1 g压实程度60%的样品MS-50-1.0;

(4)粒径:通过控制粉碎时间来控制海绵粉末的粒径大小,分别将海绵块粉碎1 min,2 min,3 min,4 min和6 min得到不同粒径的海绵粉末,并按照样品MS-50-1.0的改性方法,先后在50 mmol/L的$AlCl_3$水溶液和1.0%体积分数的甲基三氯硅烷的正己烷溶液中浸泡改性,而后将所得不同粒径的超疏水海绵粉末分别用于正十二烷包水乳液的破乳分离,其中乳液含水率均为1%,每次实验均使用1 g压实程度为60%的上述各海绵粉末。

2　结果与讨论

2.1　润湿性

首先,对上述6个样品进行了接触角测试以对比不同制备条件下所得样品润湿性差异。如Fig.1所示,未经Al^{3+}离子和氯硅烷改性的原始样品MS-0-0所测WCA=0°,即表现为超亲水性;而只经过Al^{3+}离子改性的样品MS-50-0和只经过氯硅烷改性的样品MS-0-0.5表现出一定的疏水性,其WCA分别为128°和141.5°。经过两者改性的3个样品则表现出超疏水性,其WCA均大于150°,但接触角大小与2种改性液浓度变化关系不明显。因此,2种改性溶液对于三聚氰胺海绵粉末的疏水性表现为协同增效作用,即两者的共同作用大于单一溶液改性效果。

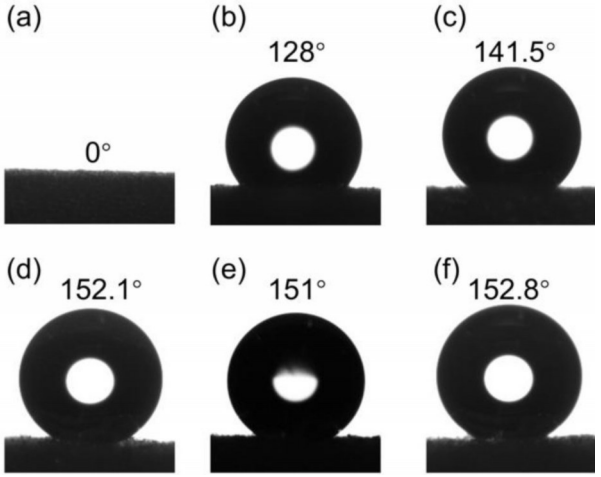


Fig. 1 Water contact angle (WCA) of (a) MS-0-0, (b) MS-50-0, (c) MS-0-0.5, (d) MS-50-0.5, (e) MS-100-0.5 and (f) MS-50-1.0

2.2　表观形貌

为了揭示上述样品从超亲水到超疏水的润湿性转变机理,利用SEM对比观察了样品MS-0-0和MS-50-1.0的微观形貌,得到2种样品在不同放大倍数下的表观形貌如Fig.2所示。经过4 min的高速粉碎后,海绵块原本的三维网络结构已被破坏,粉末颗粒均呈不规则结构并在视野中无序分布,大小从数微米到数十微米不等。其中,样品MS-0-0的表面十分光滑平整,而样品MS-50-1.0表面则出现明显的微纳米级粗糙结构。经进一步放大后观察发现,它们呈线棒或团絮状紧紧附着在海绵骨架表面,显著提高了海绵骨架的粗糙度。根据Wenzel模型[12],这些粗糙结构为改性三聚氰胺海绵粉末的超疏水性提供了有利条件,而根据以往的报道[9,13],金属盐溶液浸泡处理并不会改变海绵骨架形貌,故该粗糙结构可能是氯硅烷改性所致。

2.3　化学结构

材料表面润湿性除了与粗糙度有关,还受到材

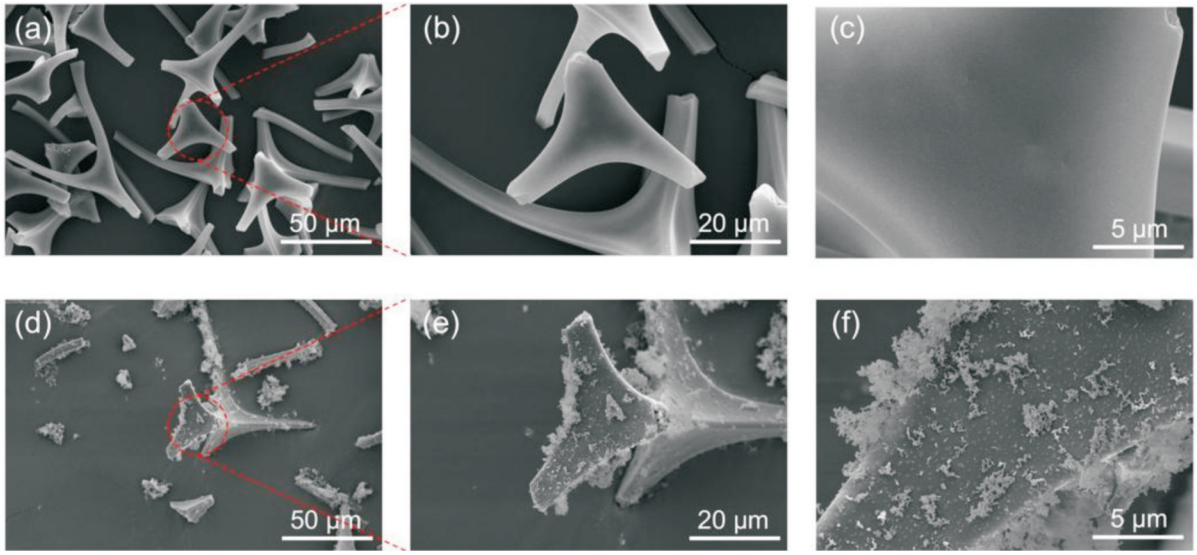


Fig. 2 SEM images at different magnifications of (a)~(c) MS-0-0 and (d)~(f) MS-50-1.0

料的表面能即化学性质的影响。为了识别改性前后材料化学结构的变化，验证上述粗糙结构的成分，进一步对样品MS-0-0和样品MS-50-1.0进行了FT-IR分析，结果示于Fig.3。可以看出，原始样品MS-0-0在810 cm^{-1}，1162 cm^{-1}，1560 cm^{-1}和3392 cm^{-1}处分别显示出三嗪环弯曲振动、C—O伸缩振动、C=N伸缩振动和N—H（仲胺）伸缩振动峰。以985 cm^{-1}，1334 cm^{-1}和1476 cm^{-1}为中心的峰则代表表示C—H弯曲振动，2950 cm^{-1}处的吸收峰则属于C—H伸缩振动。样品MS-50-1.0的C—H伸缩振动峰蓝移至2970 cm^{-1}，这属于甲基硅烷中—CH_3的C—H伸缩振动；在784 cm^{-1}处还观察到了Si—CH_3的弯曲振动峰；1029 cm^{-1}，1137 cm^{-1}和1275 cm^{-1}处的信号峰则代表着Si—O—Si的特征吸收峰。最为关键的是，N—H伸缩振动峰明显减弱，相应地在882 cm^{-1}出现了Si—N伸缩振动峰。以上对比说明了样品MS-50-1.0已被成功硅烷化，上述粗糙结构为甲基三氯硅烷水解后缩聚形成的聚硅氧烷，它极大地降低了材料的表面极性和表面能，是导致海绵从超亲水到超疏水的重要机理之一。

2.4 元素组成

进一步对上述2种样品进行了XPS分析，其中Fig.4(a)为全谱，Fig.4(b)~(e)为各元素高分辨率分谱。从全谱可以发现，样品MS-0-0显示出了C，N，O，Na和S的元素峰，这与商品三聚氰胺海绵的元素组成一致[14]，而在样品MS-50-1.0中观察到了额外的Al和Si的元素峰。此外，对比精细谱可以发现，样品MS-50-1.0的O 1s峰明显增强并向更高结合能的方向移动，而N 1s峰减弱但同样向更高结合能方向移动。峰值强度的变化是由于MS-50-1.0表面上附着的聚硅氧烷，其引入了更多的O元素却覆盖了海绵骨架本身的N元素，而结合能的移动则可能是由于硅烷化作用以及Al^{3+}和N，O原子之间的配位作用，后者在产生低极性、低表面能的金属络合物的同时使得N，O元素的结合能进一步向更高的方向移动，这是导致海绵由亲水向超疏水转变的又一机理[9,13,15]。

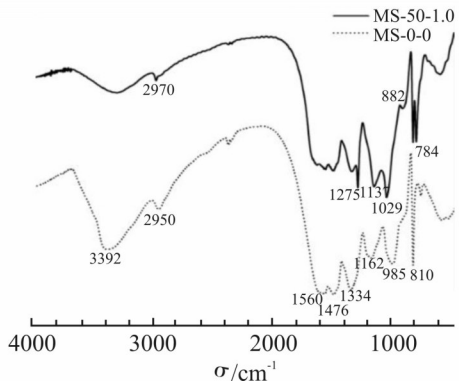


Fig. 3 FT-IR spectra of MS-0-0 and MS-50-1.0

通过上述物理结构及化学成分表征结果可以分析得知，通过$AlCl_3$水溶液浸泡，使得Al^{3+}离子的空轨道与三聚氰胺骨架上的N，O原子的孤对电子发生配位作用形成了低表面能的金属络合物，而后通过甲基三氯硅烷的正己烷溶液浸泡改性，其产生的聚硅氧烷进一步降低材料表面能的同时还使得材料表面产生了微纳粗糙结构，因此可以认为粗糙度的增加、硅烷化以及金属离子配位作用协同导致了

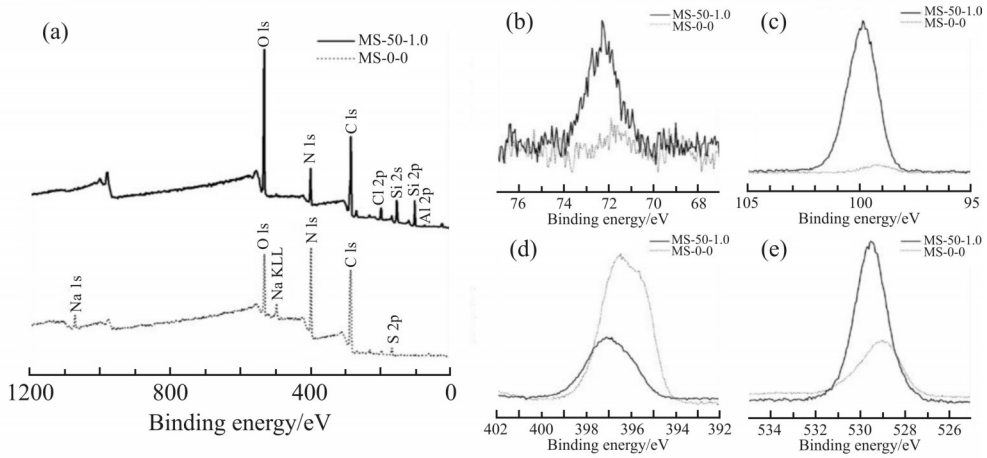


Fig. 4 XPS spectra of MS-0-0 and MS-50-1.0 for (a) survey scan, (b) high-resolution scan of Al 2p, (c) high-resolution scan of Si 2p, (d) high-resolution scan of N 1s, and (e) high-resolution scan of O 1s

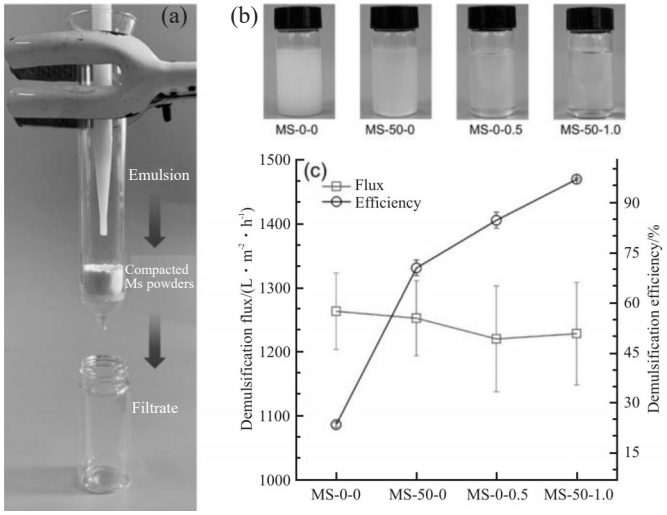


Fig. 5 Optical images of (a) a typical separation process for the W/O emulsion and (b) filtrate obtained after separation; (c) curves of demulsification property versus wettability

三聚氰胺海绵粉末由超亲水向超疏水的转变。

2.5　润湿性对破乳性能的影响

典型的重力破乳过程如Fig.5(a)所示。破乳前的油包水乳液呈不透明的乳白色,而通过各海绵粉末样品破乳后所得滤液的外观形貌如Fig.5(b)所示,对比可知样品的疏水性越强其破乳所得滤液也越澄清透亮。破乳效率的测试结果也同样验证了该结论,如Fig.5(c)所示,随着海绵粉末疏水性的增强,其破乳效率显著提升,尤其是样品MS-50-1.0对正十二烷包水乳液的破乳效率可高达97%,这是由于疏水材料具有特殊的油水选择性,其对水滴和油滴的毛细管力也不同(驱动力/排斥力),且这种作用随着润湿性增强而增强。而样品MS-0-0虽然是两亲性的,但它同样具备一定的破乳能力,主要是因为通过物理压实作用减小了内部通道尺寸,根据尺寸筛分效应[16],乳液中尺寸较大的水滴在材料表面或曲折的孔道中被阻隔并吸附从而达到一定的破乳性能。

2.6　压实程度对破乳性能的影响

本文还研究了海绵粉末压实程度对油包水乳液破乳性能的影响,测试所得破乳通量、破乳效率与压实程度的关系曲线如Fig.6所示。随着压实程度的增加,海绵粉末形成的内部通道尺寸逐渐减小,其对乳液的流动阻力增大,故破乳通量逐渐减小。当压实程度低于50%时,由于尺寸筛分作用,破乳效率随压实程度增加而增大,此时进一步增加压实程度也无法提高破乳效果,说明尺寸筛分作用已不起作用,此时已经达到了该样品的最佳破乳效果。

此外还可以发现即使不经过压缩，自然堆砌的超疏水样品MS-50-1.0也可以实现大于30%的破乳效率，略大于上一节中压实程度为60%的超亲水MS-0-0海绵粉末样品的破乳效率，说明此时润湿性对于破乳性能的影响要略大于压实作用。

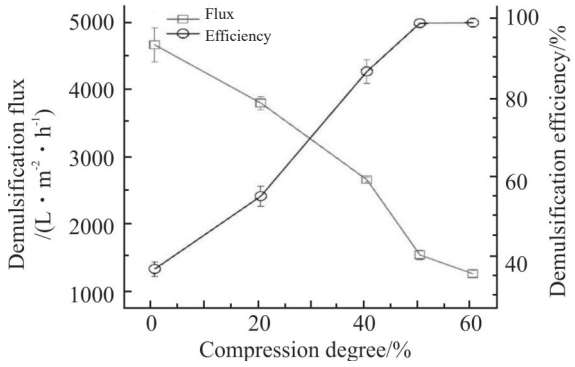


Fig. 6 Curves of demulsification property versus compression degree

2.7 初始含水率对破乳性能的影响

此外还考虑了乳液初始含水率对破乳性能的影响，实验结果如Fig.7所示。由图可见，随着乳液初始含水率增大，破乳通量逐渐减小，而破乳效率则是先增大后减小。这是因为随着乳液含水率的增加，乳液黏度也会随之增大[17]，乳液的流动性减弱而造成破乳通量的减小。当初始含水率较低时（≤2%），均可以实现极好的乳效果，所得滤液的含水率极低且几乎相同，根据破乳效率计算公式可知，此时破乳效率仅与乳液初始含水率有关，初始含水率增大计算所得破乳效率也随之增大。而随着含水率进一步增加，粉末无法充分地将乳液中的水滴全部阻隔分离导致滤液中的含水率也增大，故而破乳效率逐渐降低。

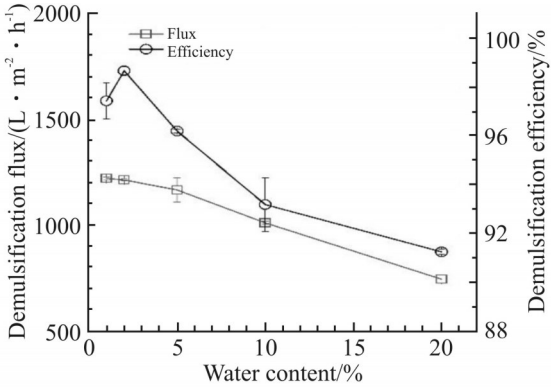


Fig. 7 Curves of demulsification property versus water content

2.8 粒径对破乳性能的影响

最后研究了海绵粉末粒径对乳液分离性能的影响，测试结果如Fig.8(a)所示。可以发现破乳通量随粉碎时间先减小后稳定，而破乳效率则呈现相反态势，即先增大后平稳，由于改性处理条件相同，故各粒径的改性海绵粉末润湿性几乎相同，此时根据尺寸筛分作用分析破乳效率应当随粒径的减小而逐渐增大，也即随粉碎时间的增大而增大，无法合理解释平台区的存在。为此对上述不同粉碎时间的海绵粉末通过激光粒度仪进行粒径分布测试，并做平均粒径与粉碎时间的关系曲线如Fig.8(b)所示。从图中可以发现当粉碎时间低于4 min时，海绵粉末的平均粒径随着粉碎时间显著降低，从360 μm迅速减小至32 μm，而当粉碎时间超过4 min时，粉末平均粒径已无明显变化。据此就可以很好地解释破乳性能与粉碎时间的变化趋势。

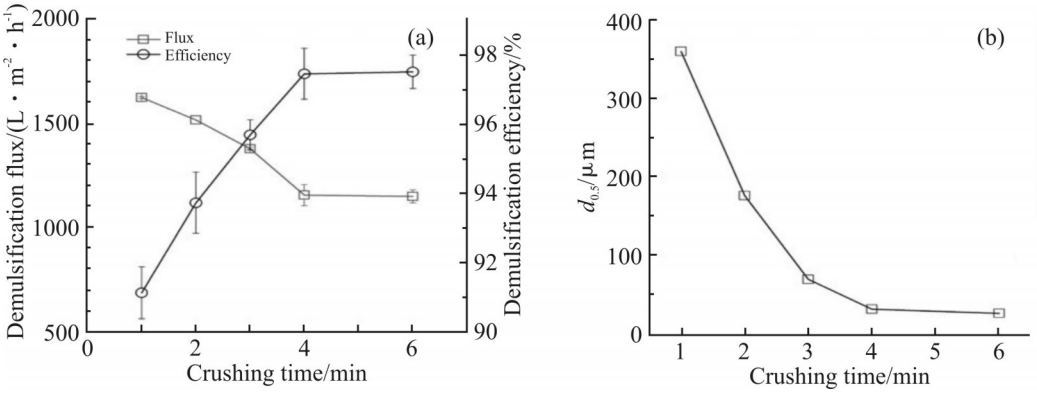


Fig. 8 Curves of (a) demulsification property versus crushing time and (b) average particle size versus crushing time

3　结论

本文制备了一种超疏水三聚氰胺海绵粉末,揭示了其疏水改性机理、验证了其作为过滤材料用于油包水乳液高效分离的优异性能,探讨了各相关参数对破乳性能的影响。一方面为超疏水材料的制备提供了一种新的改性思路,另一方面还为通过材料润湿性实现高效破乳提供了一条可行的策略,并将主要结论归纳如下。

(1)经过2种改性剂处理得到的海绵粉末疏水性大于单一溶液浸泡的效果。

(2)粗糙度增加、硅烷化以及金属离子配位作用三者协同导致了海绵粉末从超亲水向超疏水的转变。

(3)压实的改性海绵粉末可以用于高效分离油包水乳液,通过适当提高材料疏水性、粉末压实程度,降低乳液初始含水率、减小粉末粒径可以有效改善其破乳效率。

参考文献:

[1] Jamaly S, Giwa A, Hasan S W. Recent improvements in oily wastewater treatment: progress, challenges, and future opportunities [J]. Journal of Environmental Sciences, 2015, 37: 15-30.

[2] Chen C D, Weng D, Mahmood A, *et al*. Separation mechanism and construction of surfaces with special wettability for oil/water separation [J]. ACS Applied Materials & Interfaces, 2019, 11: 11006-11027.

[3] 左继浩, 陈嘉慧, 文秀芳, 等.用于分离油水乳液的先进材料[J]. 化学进展, 2019, 31(10): 1440-1458.
Zuo J H, Chen J H, Wen X F, *et al*. Advanced materials for separation of oil/water emulsion [J].Progress in Chemistry, 2019, 31(10): 1440-1458.

[4] 张翼, 于婷, 毕永慧, 等. 含油废水处理方法研究进展[J]. 化工进展, 2008, 27(8): 1155-1161.
Zhang Y, Yu T, Bi Y H, *et al*. Progress of oily wastewater treatment [J]. Chemical Industry and Engineering Progress, 2008, 27(8): 1155-1161.

[5] Zhou H, Dismuke K I, Lett N L, *et al*. Development of more environmentally friendly demulsifiers [C]. Lafayette, Louisiana: SPE International Conference and Exhibition on Formation Damage Control, 2012.

[6] Gu J C, Xiao P, Chen J, *et al*. Robust preparation of superhydrophobic polymer/carbon nanotube hybrid membranes for highly effective removal of oils and separation of water-in-oil emulsions [J]. Journal of Materials Chemistry A, 2014, 2: 15268-15272.

[7] Lin X, Heo J, Jeong H, *et al*. Robust superhydrophobic carbon nanofiber network inlay- gated mesh for water- in- oil emulsion separation with high flux [J]. Journal of Materials Chemistry A, 2016, 4: 17970-17980.

[8] Shi H, He Y, Pan Y, *et al*. A modified mussel-inspired method to fabricate TiO_2 decorated superhydrophilic PVDF membrane for oil/water separation [J]. Journal of Membrane Science, 2016, 506: 60-70.

[9] Ding Y C, Xu W H, Yu Y, *et al*. One-step preparation of highly hydrophobic and oleophilic melamine sponges via metal- ion-induced wettability transition [J]. ACS Applied Materials & Interfaces, 2018, 10: 6652-6660.

[10] 高慧敏, 袁琴, 陈玉婷, 等. 甲基三氯硅烷改性密胺海绵吸油材料研究[J]. 武汉工程大学学报, 2016, 38(1): 35-39.
Gao H M, Yuan Q, Chen Y T, *et al*. Oil absorption material based on methyltrichlorosilane modified melamine sponge [J]. Journal of Wuhan Institute of Technology, 2016, 38(1): 35-39.

[11] Yang J B, Wang H C, Tao Z G, *et al*. 3D superhydrophobic sponge with a novel compression strategy for effective water-in-oil emulsion separation and its separation mechanism [J]. Chemical Engineering Journal, 2019, 359: 149-158.

[12] Wenzel R N. Surface roughness and contact angle [J]. The Journal of Physical Chemistry, 1949, 53: 1466-1467.

[13] Ou W, Luo X J, Feng Y J. Hydrophobically modified melamine-formaldehyde sponge used for conformance control and water shutoff during oil production [J]. Journal of Applied Polymer Science, 2021, 138: 51416.

[14] Pham V H, Dickerson J H. Superhydrophobic silanized melamine sponges as high efficiency oil absorbent materials [J]. ACS Applied Materials & Interfaces, 2014, 6: 14181-14188.

[15] Zhang X F, Song L, Chen X X, *et al*. Zirconium ion modified melamine sponge for oil and organic solvent cleanup [J]. Journal of Colloid and Interface Science, 2020, 566: 242-247.

[16] 左继浩. 超润湿性荷电分离材料的制备及其对水包油型乳液的分离研究[D]. 广州: 华南理工大学, 2021.
Zuo J H. Preparation of superwetting charged separation materials and their application in oil- in- water emulsion separation [D]. Guangzhou: South China University of Technology, 2021.

[17] 曹广胜, 杨晓雨, 张志秋, 等. 活性原油乳化性能的影响因素研究[J]. 当代化工, 2017, 46(7):1290-1292.
Cao G S, Yang X Y, Zhang Z Q, *et al*. Study on the factors of influencing emulsifying properties of active crude oil [J]. Contemporary Chemical Industry, 2017, 46(7): 1290-1292.

Preparation and Demulsification Performance of Superhydrophobic Melamine Sponge Powder

Zhipeng Deng, Xuezhi Zhao, Yujun Feng

(*Polymer Research Institute, State Key Laboratory of Polymer Materials Engineering, Sichuan University, Chengdu 610065, China*)

ABSTRACT: Superhydrophobic melamine sponge powder was prepared by two-step immersion method in aluminium chloride solution and methyltrichlorosilane solution successively, the modified samples were tested by SEM, FT-IR and XPS to reveal the mechanism of superhydrophobic transformation from the aspect of microstructure and chemical composition: the synergistic effects of increased roughness, silanization and metal ion coordination. The excellent performance of compacted modified melamine powder as filter for the efficient separation of water-in-oil emulsions was then verified. The effects of wettability, compaction degree, initial water content and particle size on the demulsification performance of the sponge powder were further discussed, and it is found that increasing the hydrophobicity, enhancing the compaction degree, reducing the initial water content and decreasing the particle size could effectively improve the demulsification efficiency.

Keywords: superhydrophobic; melamine sponge powder; oil-water separation; emulsion