

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(11) **037964**(13) **B1**(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

- (45) Дата публикации и выдачи патента  
**2021.06.16**
- (21) Номер заявки  
**201992671**
- (22) Дата подачи заявки  
**2017.10.11**
- (51) Int. Cl. **B01D 17/022 (2006.01)**  
**B01D 24/02 (2006.01)**  
**B01J 20/32 (2006.01)**

**(54) СПОСОБ РАЗДЕЛЕНИЯ ЭМУЛЬСИЙ**

- (31) **2017124417**
- (32) **2017.07.11**
- (33) **RU**
- (43) **2020.03.31**
- (86) **PCT/RU2017/000753**
- (87) **WO 2019/013668 2019.01.17**
- (71)(73) Заявитель и патентовладелец:  
**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ  
ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ  
"ВОРОНЕЖПЕНОСТЕКЛО" (RU)**
- (72) Изобретатель:  
**Белов Петр Васильевич, Ишков  
Александр Дмитриевич, Косяков  
Александр Викторович, Кулигин**
- (56) **RU-U1-78436  
RU-C1-2077363  
RU-C1-2182118  
RU-U1-170334  
RU-C2-2327518  
US-A1-20120152115**
- (74) Представитель:  
**Зуйков С.А. (RU)**
- Сергей Владимирович, Демин  
Михаил Владимирович, Кирин  
Максим Петрович, Благов Андрей  
Владимирович, Сальников  
Евгений Павлович, Ровой Вадим  
Витальевич (RU)

- (57) Предложенное решение относится к области разделения эмульсий фильтрацией, в частности к области очистки жидкостей от маслонефтепродуктов и органических веществ, и может быть использовано в нефтедобывающей, химической, нефтехимической, пищевой, фармацевтической, машиностроительной и других отраслях промышленности, а также в системах очистки сточных вод. Аппарат для разделения эмульсий содержит корпус, в котором размещена фильтрующая загрузка. В качестве фильтрующей загрузки используются гранулы, сформированные из измельченных частиц диатомита и обожженные при температуре 700-1000°C, что обеспечивает спекание частиц диатомита между собой при сохранении имеющихся между частицами пор. При очистке воды от нефти фильтровальную засыпку предварительно заливают чистой водой, которая заполняет поры гранул, создав в местах выхода пор на поверхность гранулы зоны несмачиваемые для нефти (дисперсной фазы). Только после этого приступают к фильтрации водонефтяной эмульсии через слой диатомитовых гранул. Поскольку в ходе фильтрации в пирамидоподобных полостях между гранулами скорость потока резко снижается, то дисперсная фаза начинает оседать на выступах поверхности гранул (в первую очередь, в боковых полостях), постепенно заполняя эти полости полностью. При обратной промывке гранулы смещаются, пространственная структура полостей разрушается, а дисперсная фаза, накопленная в пирамидоподобных полостях и на поверхности гранул, уносится промывочной жидкостью. Технический результат предложенного решения заключается в повышении эффективности процесса разделения эмульсий.

**037964 B1****037964 B1**

Предложенное решение относится к области разделения эмульсий фильтрацией, в частности к области очистки жидкостей от маслонефтепродуктов и органических веществ, и может быть использовано в нефтедобывающей, химической, нефтехимической, пищевой, фармацевтической, машиностроительной и других отраслях промышленности, а также в системах очистки сточных вод.

Известен способ очистки воды от нефти и нефтепродуктов (авт.св. СССР № 1662625, МПК В01Д 39/00, 1987 г.), включающий фильтрование эмульсии через слой гранулированной загрузки, выполненной из гранул олеофильного пенопласта. Недостатком известного решения являются значительные технологические простои для замены загрузки, поскольку регенерация загрязненной загрузки в данном способе не предусмотрена.

Наиболее близким к предлагаемому техническому решению является способ очистки жидкостей от маслонефтепродуктов (патент на изобретение RU № 2202519, МПК В01Д 39/18, 2001 г.), включающий фильтрование эмульсии через слой гранулированной загрузки и регенерацию загрузки посредством ее двукратного механического отжима с промежуточной промывкой слоя фильтратом. Недостатком известного решения является низкая эффективность процесса разделения эмульсии, что связано:

- с низкой степенью регенерации фильтрующей загрузки, что кумулятивно снижает скорость и качество фильтрации, длительность фильтрационного цикла, срок эксплуатации загрузки и производительность установки;

- с длительностью цикла регенерации (паузами в работе), включающего кроме промывки загрузки еще ее двукратный отжим;

- с усложнением конструкции установки для разделения эмульсий, содержащей устройство для механического отжима загрузки;

- с дополнительными энергозатратами на механический отжим загрузки.

Технический результат предложенного решения заключается в повышении эффективности процесса разделения эмульсий.

Указанный технический результат достигается тем, что в способе разделения эмульсий, включающем фильтрование эмульсии через слой гранулированной загрузки и регенерацию загрузки, по крайней мере, часть поверхности гранул загрузки (не менее 55%, оптимально 70-95% от общей поверхности) выполнена несмачиваемой для дисперсной фазы в условиях фильтрации (температура, скорость фильтрации, давление) за счет ее покрытия дисперсионной средой. При этом загрузку перед фильтрованием пропитывают дисперсионной средой, а регенерацию загрузки производят с помощью обратной промывки. Применение вышеуказанных признаков исключает возможность налипания на часть поверхности гранулы покрытой дисперсионной средой дисперсной фазы, облегчает и ускоряет регенерацию загрузки, что повышает эффективность процесса разделения эмульсий, повышает производительность и упрощает конструкцию установки, снижает удельные энергозатраты.

Покрытие части поверхности гранул дисперсионной средой можно выполнить, например, в виде геля. В частном случае в качестве фильтрующей загрузки могут использоваться пропитанные дисперсионной средой открытопористые гранулы, открытые поры которых обладают капиллярным эффектом по отношению к дисперсионной среде, что обеспечивает удержание дисперсионной среды на поверхности гранулы.

Также в качестве фильтрующей загрузки могут использоваться гранулы, по крайней мере, внешний слой которых содержит частицы абразивного материала размером не более 100 мкм (преимущественно не более 40 мкм), которые жестко соединены между собой спеканием или склеиванием с сохранением существующих между частицами сообщающихся пустот (пор).

Абразивный материал (карбид кремния, естественный корунд, наждак, диатомит, трепел и пр.) имеет острые грани, что позволяет в процессе обратной промывки загрузки очищать забившиеся поры, повышая срок ее эксплуатации. Абразивная поверхность гранул предотвращает слипание гранул и перекрытие (экранирование) входных отверстий пор у гранул, с которыми они соприкасаются.

Размер частиц абразивного материала определяет размер пор (они примерно соответствуют друг другу): при использовании частиц, эквивалентный диаметр которых превышает 100 мкм, гранулы получают со слишком большим размером пор. Формование гранул увеличивает количество открытых взаимосвязанных пор, равномерность их распределения по объему гранулы и стабильность проходного сечения пор. Соединение частиц между собой спеканием или склеиванием (с минимальным количеством клея, чтобы он не перекрыл пустоты) позволяет сохранить существующие между частицами сообщающиеся поры.

Формирование внешнего слоя гранул фильтрационной загрузки из частиц абразивного материала размером не более 100 мкм позволяет получить на поверхности гранул микроскопические выступы со средней высотой 1-50 мкм, обладающие острыми кромками. Это дает возможность дисперсной фазе в процессе фильтрации закрепляться на выступах гранулы, но при этом обеспечивают быструю, легкую и эффективную очистку гранулы при ее регенерации обратной промывкой.

Если выступы на поверхности гранулы имеют открытые поры, обладающие капиллярным эффектом по отношению к дисперсной фазе, то это обеспечивает более эффективное закрепление дисперсной фазы на поверхности гранулы при фильтрации, но не препятствует очистке гранулы при обратной промывке, поскольку дисперсная фаза имеет малую поверхность контакта с гранулой (только через выступы).

При очистке воды от нефти и нефтепродуктов все вышеперечисленные признаки реализуются в фильтрующей загрузке, по крайней мере, внешний слой гранул которой выполнен из материала на основе диатомита (с размером частиц диатомита не более 50 мкм, при этом средняя высота выступов на поверхности гранулы составляет 1-25 мкм). Кроме того, поскольку диатомит является природным абразивом, то взаимодействие гранул в процессе обратной промывки фильтра позволяет очищать забившиеся поры.

Скорость фильтрации должна находиться в интервале от 5 до 50 м/ч. При скорости фильтрации менее 5 м/ч эффективность фильтрации падает из-за снижения скорости взаимодействия капель дисперсной фазы с гранулами, что приводит к их "проскоку" через загрузку. При скорости фильтрации более 50 м/ч эффективность фильтрации падает в связи отрывом капель дисперсной фазы от гранул фильтрующей загрузки.

Скорость обратной промывки должна находиться в интервале от 5 до 110 м/ч. При скорости обратной промывки менее 5 м/ч эффективность обратной промывки чрезвычайно низка из-за отсутствия псевдооживления гранул фильтрующей загрузки. При скорости обратной промывки более 110 м/ч эффективность процесса падает из-за разрушения и уноса гранул фильтрующей загрузки.

Гранула имеет округлую форму, что снижает склонность гранул к агломерации и разрушению, а также снижает унос материала при обратной промывке. Округлая форма гранул улучшает сыпучесть и порционирование материала, облегчает его поверхностную обработку, обеспечивает более высокую плотность упаковки и стабильность гранулометрического состава продукта по высоте при засыпке в больших объемах. Более равномерные зазоры между гранулами повышают скорость фильтрации и время работы фильтра до регенерации (которую проводят при снижении производительности ниже минимальной величины). Уменьшается гидравлическое сопротивление фильтра и количество застойных зон, снижается износ (истираемость) гранул, т.к. в первую очередь разрушаются выступающие части гранул. При обратной промывке фильтра увеличивается подвижность гранул и очистка их поверхности, уменьшается время регенерации и давление, необходимое для взвешивания слоя.

Эквивалентный диаметр гранул должен находиться в интервале от 0,1 до 6,0 мм. При меньшем эквивалентном диаметре гранулы не поддаются регенерации, т.к. вымываются в процессе обратной промывки. Кроме того, при эквивалентном диаметре гранул меньше 0,1 мм каналы между гранулами очень быстро заполняются дисперсной фазой, что приводит к ее периодическому "проскоку". При эквивалентном диаметре гранул больше 6,0 мм между гранулами образуются слишком большие каналы, и фильтр перестает выполнять свою функцию.

Высота слоя фильтрующей загрузки должна находиться в интервале от 0,3 до 5,0 м. При высоте слоя загрузки менее 0,3 м эффективность работы падает в связи с: а) недостаточной площадью взаимодействия эмульсии с фильтрующей загрузкой и временем контакта (что снижает качество разделения эмульсии); б) быстрой забивкой фильтрующей загрузки (что увеличивает простои на регенерацию загрузки); в) возникающими "проскоками" эмульсии через слой фильтрующей загрузки. При высоте слоя фильтрующей загрузки более 5,0 м эффективность фильтрации падает в связи с ростом сопротивления слоя фильтрующей загрузки (в т.ч. неработающих нижних слоев), падением скорости и качества регенерации фильтрующей загрузки, ростом затрат на размещение и обслуживание аппарата.

Отношение высоты слоя фильтрующей загрузки к максимальному размеру проходного сечения аппарата должно составлять не менее 0,2. В противном случае в связи с возникающими (после промывки загрузки или из-за наклона опорной решетки) неравномерностями распределения фильтрующей загрузки возможен "проскок" эмульсии через места, где высота слоя фильтрующей загрузки минимальна, что снижает качество и эффективность фильтрации.

Поскольку качество фильтрации в значительной степени определяется площадью контакта эмульсии с фильтрующей загрузкой, то высота слоя фильтрующей загрузки должна составлять не менее 50 эквивалентных диаметров ее гранул. При меньшей высоте слоя загрузки наблюдается существенное падение качества и эффективности фильтрации.

Способ разделения эмульсий реализуется следующим образом.

Аппарат для разделения эмульсий содержит корпус диаметром 0,4 м и высотой 4,0 м, в котором размещена фильтрующая загрузка. В качестве фильтрующей загрузки используются гранулы, сформированные из измельченных частиц диатомита и обожженные при температуре 700-1000°C, что обеспечивает спекание частиц диатомита между собой при сохранении имеющихся между частицами пор.

Диатомит хорошо смачивается как водой, так и нефтью. Однако он имеет пористую структуру, и если его поры заполнить (пропитать гранулу) одной из этих жидкостей, то в местах выхода пор на поверхность гранулы создаются зоны, несмачиваемые для другой жидкости. Поэтому при очистке воды от нефти фильтровальную засыпку предварительно заливают чистой водой, которая заполняет поры гранул, создав в местах выхода пор на поверхность гранулы зоны несмачиваемые для нефти (дисперсной фазы). Только после этого приступают к фильтрации водонефтяной эмульсии через слой диатомитовых гранул.

Поскольку в ходе фильтрации в пирамидоподобных полостях между гранулами скорость потока резко снижается, то дисперсная фаза начинает оседать на выступах поверхности гранул (в первую очередь, в боковых полостях), постепенно заполняя эти полости полностью. При обратной промывке грану-

лы смещаются, пространственная структура полостей разрушается, а дисперсная фаза, накопленная в пирамидоподобных полостях и на поверхности гранул, уносится промывочной жидкостью. Кроме того, гранулы фильтрующего материала при обратной промывке трутся друг о друга, удаляя со своей поверхности остатки загрязнения. После регенерации гранулы содержат не более 1 вес.% нефти, которая, вытеснив воду из пор, находящихся в выступах, закрепилась в этих порах. При этом остаточное количество нефти в гранулах не зависит от количества проведенных с ней регенераций, т.е. кумулятивный эффект накопления дисперсной фазы в гранулах отсутствует.

Примеры конкретного выполнения.

Пример 1. Фильтровальная засыпка из диатомитовых гранул с эквивалентным диаметром 0,7-1,7 мм при высоте фильтровального слоя 1,2 м (увеличивающегося при псевдооживлении в ходе обратной промывки на 0,6 м) использовалась для очистки воды от нефти. Отношение высоты слоя фильтрующей загрузки к диаметру аппарата равняется 4,0 (т.е. больше 0,2), а высота слоя загрузки равняется 1000 эквивалентных диаметров гранул (т.е. больше 50). Скорость фильтрации составляла 15 м/ч, а скорость обратной промывки - 30 м/ч. Температура эмульсии находилась в интервале 74-76°C. Давление перед фильтром составляло 1,6 кг/см<sup>2</sup>. Содержание нефти в водонефтяной эмульсии до фильтрации было 30 мг/л, а после однократного прохода через фильтр - 0,5-0,8 мг/л.

При снижении высоты фильтровального слоя до 0,25 м (ниже 0,3 м) время работы загрузки до регенерации снижается в 12-14 раз, а содержание нефти в водонефтяной эмульсии после однократного прохода через фильтр составляет 5,2 мг/л.

При снижении высоты фильтровального слоя до 7,0 см (отношение высоты слоя фильтрующей загрузки к диаметру аппарата менее 0,2) содержание нефти в водонефтяной эмульсии после однократного прохода через фильтр составляет 17,4 мг/л.

При снижении высоты фильтровального слоя до 5,0 см (высота слоя фильтрующей загрузки менее 50 эквивалентных диаметров ее гранул) содержание нефти в водонефтяной эмульсии после однократного прохода через фильтр составляет 27,3 мг/л.

Пример 2. Фильтровальная засыпка из диатомитовых гранул с эквивалентным диаметром 0,7-1,7 мм при высоте фильтровального слоя 2,0 м (увеличивающегося при псевдооживлении в ходе обратной промывки на 1,0 м) использовалась для очистки воды от нефти. Скорость фильтрации составляла 20 м/ч, а скорость обратной промывки - 35 м/ч. Температура эмульсии находилась в интервале 12-15°C. Давление перед фильтром составляло 1,6 кг/см<sup>2</sup>. Содержание нефти в водонефтяной эмульсии до фильтрации было 300 мг/л, а после однократного прохода через фильтр - 0,8 мг/л.

Предложенное решение может быть, в частности, использовано для обезвоживания нефти на промыслах, обезвоживания нефтяных отходов и отработанного масла перед их утилизацией, регулирования жирности молока и сливок, обезвоживания трансформаторного и турбинного масла, для очистки сточных вод от маслонепфтепродуктов и пр.

#### ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ разделения эмульсий, включающий фильтрацию эмульсии через слой гранулированной загрузки и регенерацию загрузки, отличающийся тем, что, по крайней мере, часть поверхности гранул загрузки выполнена несмачиваемой для дисперсной фазы за счет ее покрытия дисперсионной средой, загрузку перед фильтрованием пропитывают дисперсионной средой, а регенерацию загрузки производят с помощью обратной промывки, при этом в качестве гранул загрузки используют пропитанные дисперсионной средой открытопористые гранулы, открытые поры которых обладают капиллярным эффектом по отношению к дисперсионной среде.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что, по крайней мере, внешний слой гранул загрузки содержит частицы абразивного материала размером не более 100 мкм, жестко соединенных между собой с сохранением существующих между частицами сообщающихся пор.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что, по крайней мере, внешний слой гранул загрузки выполнен из материала на основе диатомита.

4. Способ по п.1, отличающийся тем, что скорость фильтрации находится в интервале от 5 до 50 м/ч.

5. Способ по п.1, отличающийся тем, что скорость обратной промывки находится в интервале от 5 до 110 м/ч.

6. Способ по п.1, отличающийся тем, что гранулы имеют округлую форму, а их эквивалентный диаметр находится в интервале от 0,1 до 6,0 мм.

7. Способ по п.1, отличающийся тем, что высота слоя загрузки находится в интервале от 0,3 до 5,0 м.

8. Способ по п.1, отличающийся тем, что высота слоя загрузки составляет не менее 50 эквивалентных диаметров гранул.

