

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(21) **202091972** (13) **A1**(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**(43) Дата публикации заявки  
**2022.03.31**(51) Int. Cl. **B01J 19/02** (2006.01)  
**B01J 19/20** (2006.01)  
**B01J 19/32** (2006.01)  
**C02F 9/00** (2006.01)(22) Дата подачи заявки  
**2020.08.27**(54) **МОБИЛЬНАЯ УНИВЕРСАЛЬНАЯ ПРОТОЧНАЯ СУБ-СВЕРХКРИТИЧЕСКАЯ  
УСТАНОВКА**(96) **KZ2020/045 (KZ) 2020.08.27**

(72) Изобретатель:

(71) Заявитель:

**ДОЧЕРНЕЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ  
ПРЕДПРИЯТИЕ НА ПРАВЕ  
ХОЗЯЙСТВЕННОГО ВЕДЕНИЯ  
"ЦЕНТР ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ  
МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ И  
АНАЛИЗА" РЕСПУБЛИКАНСКОГО  
ГОСУДАРСТВЕННОГО  
ПРЕДПРИЯТИЯ НА ПРАВЕ  
ХОЗЯЙСТВЕННОГО ВЕДЕНИЯ  
"КАЗАХСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
УНИВЕРСИТЕТ ИМ. АЛЬ-ФАРАБИ"  
МИНИСТЕРСТВА ОБРАЗОВАНИЯ И  
НАУКИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН  
(KZ)**

**Наурызбаев Михаил Касымович (KZ),  
Сошин Сергей Александрович (RU),  
Шапвалов Юрий Александрович  
(KZ), Гумеров Фахрид Мухамедович,  
Мазанов Сергей Валерьевич  
(RU), Токпаев Рустам Ришатович,  
Тулеханов Султан (KZ)**

(57) Изобретение относится к области машиностроения, в частности к созданию промышленного оборудования для реализации химико-технологических процессов, протекающих в условиях суб- и сверхкритических средах, и может быть использовано для обеззараживания воды, стерилизации молока, соков; очистки сточных вод; утилизации промышленных и сельскохозяйственных жидких отходов; получения биодизельного топлива; переработки тяжелых фракций нефти и битума, рафинирования масел; использование установки позволит реализовать и усовершенствовать процессы гидрирования, алкилирования, гидролиза, полимеризации и др. Достижимый технический результат - повышение экологической безопасности, снижение энергетических затрат. Мобильная универсальная проточная суб-сверхкритическая установка состоит из резервуаров для исходного сырья, проточного реактора, выполненного из толстостенной нержавеющей стальной трубки, изогнутой в виде спирали и расположенной на периферии цилиндрического полого стального корпуса, в центре которого установлен нагревательный элемент - газовая горелка, в нижней части которой расположен патрубок, холодильника, сепаратора, насоса высокого давления, регулятора давления, дозирующего насоса, резервуара-смесителя, снабженного камерой смешения, суженным соплом с поперечным сечением, которые расположены до проточного реактора, сосуда-испарителя, расположенного после регулятора давления, включающего пружинный гидроаккумулятор, гидродроссель, гидроцилиндр и вентильный узел, термодары, датчика давления, которые установлены внутри проточного реактора, и термодары, установленной снаружи проточного реактора, тепловой горелкой в нижней части реактора и автоматизированной системой управления. Существенным преимуществом созданной проточной сверхкритической установки является её высокая эффективность, типичная для большинства процессов, реализуемых в суб- и сверхкритических условиях. Имея относительно небольшие размеры, установка может обеспечить выход целевого продукта в объеме малого предприятия, при этом она отвечает основным требованиям экологической безопасности. Использование газа для разогрева проточного реактора является другим важным экономическим преимуществом созданной установки по сравнению с аналогичными проточными системами, в которых для разогрева реактора необходима электроэнергия. Мобильная универсальная проточная сверхкритическая установка может быть использована для решения широкого спектра прикладных задач и являться моделью при создании крупных промышленных производств.

**A1****202091972****202091972****A1**

## МОБИЛЬНАЯ УНИВЕРСАЛЬНАЯ ПРОТОЧНАЯ СУБ - СВЕРХКРИТИЧЕСКАЯ УСТАНОВКА

Изобретение относится к области машиностроения, в частности к созданию промышленного оборудования для реализации химико-технологических процессов, протекающих в условиях суб - и сверхкритических сред, и может быть использовано для обеззараживания воды, стерилизации молока, соков; очистки сточных вод; утилизации промышленных и сельскохозяйственных жидких отходов; получения биодизельного топлива; переработки тяжелых фракций нефти и битума, рафинирования масел; использование установки позволит реализовать и усовершенствовать процессы гидрирования, алкилирования, гидролиза, полимеризации и др.

В настоящее время широкое распространение получили установки сверхкритической флюидной экстракции (СКФЭ), в которых в качестве экстрагирующего вещества используют диоксид углерода -  $\text{CO}_2$ . В зависимости от масштаба и задач выпускают лабораторные установки с объемом реакторного сосуда от 0,5 до 30 л и промышленные - от 30 до 1000 и более литров. Количество экстракторов, дистилляционных колон, сепараторов и другого основного и вспомогательного оборудования подбирается под конкретную технологическую задачу. Различные варианты сверхкритического (СК) оборудования для экстракции сверхкритическим  $\text{CO}_2$  (СК  $\text{CO}_2$ ) выпускают фирмы THAR Process Inc. (США) (<http://tharprocess.com/co2-extraction-and-purification-solutions/#SuperfastSFE>), Separex (Франция) (<http://www.extratex-sfi.com/equipments/25-50L>), NATEX Prozesstechnologie (Австрия) (<https://www.natex.at/research-development/>) и Chengdong LTD (Китай) Девен Supercriticals PVT. LTD (Индия), SITEC (Швейцария), Kobelco (Япония) и др. Семейство производимого предприятиями промышленного оборудования включает как многоцелевые системы, так и системы специального назначения.

Выпускаемое этими фирмами оборудование предназначено для экстракции биоорганических веществ из растительного и животного сырья. Для проведения экстракции СК  $\text{CO}_2$  предлагаются установки различной производительности с широким диапазоном рабочих давлений и температуры. Установки способны использовать как чистые, так и модифицированные флюиды, а также производить рециркуляцию флюида в замкнутом цикле.

Экстракционное оборудование включает сосуд высокого давления, в который загружают исходное сырье, охлаждающий и электроподогревающий теплообменники; насосы высокого давления для подачи в сосуд CO<sub>2</sub> и сорастворителя, ручной регулятор обратного давления; вентили высокого давления; циклонный сепаратор; предохранительные устройства. Прилагается персональный компьютер с программным обеспечением для автоматизированного управления.

Основным недостатком выпускаемых экстракционных систем, работающих на вышеописанном принципе, является цикличность технологического процесса, необходимость остановки экстракционной установки для извлечения отработанных продуктов из экстракционных сосудов и загрузка новой, свежей порции исходного сырья, что требует времени, а также значительных трудовых затрат и не отвечает основному принципу промышленных предприятий – непрерывности производства.

Наиболее близко к промышленным относят технологии, основанные на использовании проточных сверхкритических устройств. При использовании такого оборудования подача исходного сырья, а также вывод целевых продуктов осуществляется непрерывно и не требует остановки производства. Важным является также то, что существенно упрощается схема получения целевых продуктов, представляется возможность осуществлять мероприятия по энергосбережению в случае рекуперации теплоты продуктов реакции.

В настоящее время ряд европейских и американских промышленных химических и фармацевтических компаний активно внедряет новое передовое оборудование по реализации непрерывных проточных процессов (Яруллин Р., Гербст А. Непрерывные проточные реакторы // *The Chemical Journal*. – 2012. – Январь–февраль. – С.1-6). Известны промышленные производства оксида пропилена (50 тыс. т/год Degussa, Германия), нитроглицерина (16 тыс. т/год Eurodyn GmbH, Германия и 120 т/год Xi'an Huian Chemical, Китай), полиакрилата (2 тыс. т/год Siemens Axiva, Германия), витамина D (100 т/год DSM Fine Chemicals, Австрия, Synthacon GmbH, Германия), ряд продуктов тонкого органического синтеза (до 200 т/год Sigma Aldrich GmbH, Швейцария, до 20 т/год), пигменты (10 т/год Clariant, Германия). Технологии на основе использования проточных реакторов наиболее интенсивно внедряют фармацевтические компании: Novartis AG (Швейцария), F. Hoffmann-La Roche AG (Швейцария), Abbott (США), Nycomed (Дания). Wingspeed AG, совместно с DECHEMA, разработали и внедрили ряд пилотных и промышленных систем для непрерывного проточного синтеза смазывающих материалов и ионных жидкостей.

Известен многотрубный проточный реактор, который применяют для проведения химических реакций в условиях сверхкритической водной среды [Патент на полезную модель

№157328 РФ, МПК В01J 8/00, опубл. 27.11.2015, бюл. № 33]. Реактор для проведения химических реакций при сверхкритических параметрах водной среды включает корпус с необходимым количеством технологических отверстий, при этом корпус состоит из множества труб, объединенных сверху в камеру смесителя, а снизу - в общую камеру с отверстием для выхода готового продукта и отверстием для удаления твердых осадков; трубы изолированы предохранительным кожухом, на который прикреплены электрические нагревательные элементы. Нагревательные элементы реактора покрыты слоем жаростойкой теплоизоляции.

В предложенном проточном реакторе использованы электрические нагревательные элементы, которые должны обеспечить подъем температуры в реакторе выше критической точки воды ( $374^{\circ}\text{C}$ ), что показывает на практическую непригодность многотрубного реактора для его применения в промышленном производстве из-за высоких энергетических затрат при его использовании в проточной сверхкритической установке.

Наиболее близким техническим решением к предлагаемой мобильной универсальной проточной суб - сверхкритической установке является устройство для получения биодизельного (БД) топлива из растительных масел (Патент №2408666 РФ, МПК С11С 3/02, опубл. 20.07.2010, бюл. № 20), содержащее резервуар для спирта 1; реактор непрерывного типа 2; резервуар для сырья 3; задерживающий сосуд 4; холодильник 5; гравитационно-динамический сепаратор 6; вакуумный насос 7; насос высокого давления 8, 9; регулятор давления 10, 11; теплообменник 12; линия предварительного прогрева 13 (Рисунок 1 – Устройство для непрерывного получения БД топлива). Устройство работает следующим образом: предварительно прогревают реактор, затем открывают запорную арматуру между резервуаром для спирта 1, насосом высокого давления 8 и реактором непрерывного типа 2, включают насос высокого давления 8 и осуществляют перекачивание спирта через реактор непрерывного типа 2 при давлении  $P=(0,5\div 1)P_{кр}$ ; одновременно подают напряжение на магнизиальный кабель реактора для нагревания спирта до рабочей температуры  $T=(1\div 1,8)T_{кр}$ ; после чего открывают запорную арматуру между резервуаром для сырья 3, насосом высокого давления 9 и реактором непрерывного типа 2. Включают насос высокого давления 9, подают сырье в реактор непрерывного типа 2. Одновременно открывают запорную арматуру между реактором непрерывного типа 2 и задерживающим сосудом 4, а также между задерживающим сосудом 4, холодильником 5, вакуумным насосом 7 и резервуаром для спирта 1. Образующийся продукт реакции переэтерификации сырья в среде сверхкритического спирта начинает поступать в задерживающий сосуд 4. Из последнего вакуумным насосом 7 отсасывают избыточный спирт, находящийся в парообразном состоянии, который, попутно

конденсируясь в холодильнике 5, начинает поступать в резервуар для хранения спирта 1. В задерживающем сосуде 4 происходит накопление продукта реакции - глицерина и биодизельного топлива. По достижении заданного уровня открывают запорную арматуру между задерживающим сосудом 4 и гравитационным сепаратором 6.

Наличие линии предварительного прогрева реактора, теплообменником для подогрева сырья позволяет более эффективно использовать тепловую энергию различных потоков, уменьшает энергозатраты в технологическом процессе; расположение вакуумного насоса на одной линии с холодильником упрощает технологическую схему получения биодизельного топлива; гравитационно-динамический сепаратор работает без каких-либо дополнительных энергозатрат, т.к. скорость разделения в нем продукта зависит от скорости потока самого продукта, поступающего в задерживающий сосуд, благодаря чему сокращается продолжительность процесса получения биодизельного топлива.

Основными недостатками конструкции прототипа проточной установки являются электрический нагрев реактора, отсутствие системы автоматического регулирования.

Задачей предлагаемого изобретения является создание мобильной, универсальной высокоэффективной промышленной установки для проведения технологических процессов в условиях суб- и сверхкритических сред, отвечающей основным принципам экологической безопасности, высокой эффективности и энергосбережения.

Технический результат – повышение экологической безопасности, снижение энергетических затрат.

Технический результат достигается предлагаемой мобильной универсальной проточной суб - сверхкритической установкой, содержащей резервуары для исходного сырья, проточный реактор с нагревательным элементом, холодильник, сепаратор, насос высокого давления, регулятор давления, но в отличие от известного проточный реактор выполнен из толстостенной нержавеющей стальной трубки, изогнутой в виде спирали, и расположен на периферии цилиндрического полого стального корпуса, в центре которого установлен нагревательный элемент – газовая горелка, в нижней части которой расположен патрубок. Установка дополнительно снабжена дозирующим насосом, резервуаром-смесителем, снабженным камерой смешения, соплом с поперечным суженным сечением. Всё это расположено до проточного реактора. Далее располагается сосуд-испаритель, расположенный после регулятора давления, включающий пружинный гидроаккумулятор, гидродроссель, гидроцилиндр и вентильный узел, термпару с датчиком давления, которые установлены внутри проточного реактора, и термпарой, установленной снаружи проточного реактора, и автоматизированной системой управления.

Проточный реактор необходим для проведения технологических процессов в динамических суб- и сверхкритических условиях. Реактор изготовлен из толстостенной нержавеющей стальной трубки марки 12X18H10T изогнутой в виде спирали, что позволяло минимизировать размеры конструкции и компактно разместить установку на подвижном прицепе. Дозирующие насосы в оптимальном соотношении в автоматизированном режиме с высокой точностью обеспечивают подачу исходных компонентов реакции в резервуар смеситель, где происходит их интенсивное перемешивание и достигается однородность реакционной среды. По выходу из проточного реактора продукты реакции направляются в сосуд-испаритель, где при атмосферном давлении происходит отделение не прореагировавших компонентов исходной реакционной смеси от целевых продуктов химической реакции. Термопары, датчик давления необходимы для визуального наблюдения и автоматизированного управления за реализуемым процессом, а также поддержания оптимальных технологических параметров в проточном реакторе, с помощью которых обеспечивается корректировка температуры и давления в проточном реакторе. Газовая горелка необходима для поддержания оптимальных температурных параметров в проточном реакторе, работа которой (включение и выключение) управляется автоматизированной системой HMI PLC SCADA. Автоматизированный программно-аппаратурный комплекс HMI PLC SCADA необходим для ввода данных технологических параметров, а также обеспечения сбора и обработки данных реализации суб- и сверхкритических процессов. С помощью автоматизированной системы SCADA задаётся логический алгоритм работы оборудования (см. рисунок 2): насосов низкого (3), высокого (4) давления, газовой горелки (14), в зависимости от физических параметров в проточном реакторе в реальном времени. Автоматическая система HMI PLC SCADA обеспечивает гарантированный контроль за реализацией технологических процессов и сигнализацией безопасного или аварийного проведения технологического процесса с отображением полученной информации на экране монитора.

Существенным преимуществом созданной проточной сверхкритической установки является её высокая эффективность, типичная для большинства процессов, реализуемых в суб- и сверхкритических условиях. Имея относительно небольшие размеры, установка может обеспечить выход целевого продукта в объеме малого предприятия, при этом она отвечает основным требованиям экологической безопасности.

Использование газа для разогрева проточного реактора является другим важным экономическим преимуществом созданной установки по сравнению с аналогичными проточными системами, в которых для разогрева реактора необходима электроэнергия, что

является основной причиной их низкой экономической рентабельности и непригодности для использования в промышленном производстве. Мобильная универсальная проточная сверхкритическая установка может быть использована для решения широкого спектра прикладных задач и являться моделью при создании крупных промышленных производств.

Установка представлена на рисунке 2 (Схема универсальной проточной субсверхкритической установки), где: 1,2-резервуары для исходных продуктов, 3-дозировующий насос, 4-смеситель, 5-насос высокого давления, 6-проточный трубчатый реактор, 7-блок управления, 8-регулятор давления, 9-испаритель, 10-холодильник, 11-сепаратор, 12-термопара, 13-датчик давления, 14-горелка.

В качестве резервуаров (1,2) для исходных продуктов использованы алюминиевые 25 литровые бидоны для транспортировки молока. Металлические ёмкости соответствуют требованиям ГОСТа 5737-97, безопасны для окружающей среды, безвредны для человека.

Дозировочные насосы (3) с электромагнитным клапаном серии TEKNA EVO применяются в химической, фармацевтической, пищевой промышленности. Крышка насоса из ПВДФ имеет стандартный керамический шаровой клапан ПВДФ подходит для всех химических веществ, производительность до 60 л/час, возможно автоматическое управление.

Струйный смеситель (4) обеспечивает подачу жидкости под давлением в трубе с помощью насоса. Смеситель имеет камеру смешения, поперечное сечение сопла, которое сужено, что приводит к увеличению скорости подачи веществ, при этом в камере смешения создаётся высокая турбулентность.

Насос высокого давления (5) является ключевым элементом любой СК системы. При создании проточной СК установки использован плунжерный насос высокого давления, который создает давление до 400 атм., время его непрерывной работы - 50 часов.

Проточный трубчатый реактор (6) изготовлен из толстостенной нержавеющей стальной трубки, диаметром 1 см изогнутой в виде спирали длиной 60 метров, расположенный на периферии цилиндрического полого стального корпуса диаметром 30 см. и высотой 1,5 метра. Трубчатый реактор (6) имеет датчики измерения температуры и давления, управления технологическим процессом автоматической системой HMI PLC SCADA. В центре стального корпуса установлен нагревательный элемент – газовая горелка, в нижней части которой расположен патрубок для подачи воздуха.

Автоматический блок управления (7) HMI PLC SCADA включает компьютер, предназначенный для диспетчерского управления в реальном времени технологическими процессами с отображением полученной информации на экране монитора. Основные компоненты SCADA, программа, обеспечивающая связь SCADA с промышленными

датчиками и другими устройствами ввода-вывода информации. Имеется программа логического управления, обеспечивающая исполнение пользовательских программ, а также автоматическая система управления тревогами, предупреждающая аварийные события. Также имеются стандартные интерфейсы обмена данными между SCADA и другими приложениями, обычно OPC, DDE, ODBC, DLL и т. д.

Регулятор давления (8) включает пружинный гидроаккумулятор, гидродроссель, гидроцилиндр и вентильный узел.

Испаритель (9) - цилиндрический металлический теплообменный аппарат кожухотрубной конструкции, объемом 15 литров, изготовлен с распределителем жидкости, расположенным в нижней части ресивера горизонтально.

Холодильник (10). В качестве системы охлаждения была выбрана парокompрессионная низкотемпературная холодильная машина R404A на хладоне с аксиально поршневым компрессором, для которой характерны надежность и простота обслуживания, максимальная холодопроизводительность системы составляла 40 кВт

Газожидкостной сепаратор (11) представляет из себя завихритель, изготовленный в виде втулки с многозаходной резьбой с прямоугольным профилем, запрессованной в корпус сепаратора. Сепаратор конструктивно напоминает экстракционный сосуд с рубашкой нагрева, для поддержания заданной температуры сепарации. Устройство быстрого открывания предназначено для легкого извлечения из сепаратора вязких и пастообразных веществ.

Термопара (12) хромель – алюмель тип ТХА\_ТХК-1293-01. Измеряемые среды: газообразные и жидкие, химически неагрессивные и агрессивные среды. Максимально возможное значение измеряемой температуры составляет 1000°C. При 100 градусах в термопаре возникает напряжение порядка 5,0 вольт, погрешность измерений 0,75%.

Датчик давления (13) дизельного топлива Mitsubishi Eclipse Diamante Lancer Evo 8 MD138993 1258 A002 MD001481, сертификация: ISO9001, TS16949 (Китай).

Газовая горелка (14) Ecoflam BLU 1500.1 PR (Италия) или жидко-топливная горелка Seung Hwa SHG-30 M (2 сопла).

Работа мобильной проточной универсальной СК установки, в которой обогрев проточного реактора осуществляется с помощью газовой горелки или путем сжигания жидкого топлива (рисунок 2.) заключается в следующем. Исходные продукты реакции из резервуаров (1) и (2) подаются в смеситель (4) дозирующими насосами (3). Реакционная смесь веществ из смесителя (4) насосом высокого давления (5), направляется в проточный реактор (6), в котором предварительно устанавливаются с помощью управляющего устройства (7) оптимальные суб- и сверхкритические параметры в интервале температур от 30 до 400°C и

давление до 400 атм. Время реакции реакционной смеси определяется длиной проточного реактора и скоростью прокачки компонентов реакционной смеси насосом высокого давления (5). Продукты реакции по выходу из проточного реактора направляются в испаритель (9), через регулятор давления (8), где происходил сброс давления до атмосферного. Избыток непрореагировавших компонентов реакционной смеси конденсируют в холодильнике (10) и возвращают в проточный реактор для его последующего вторичного использования. Целевой продукт из приемника испарителя (9) разделяют от сопутствующих веществ сепаратором (11) или используют другие методы, в зависимости от поставленной задачи, например, путем разделения двух несмешивающихся фаз. Контроль за изменением температуры и давления в реакторе осуществляют, используя для этого термопары (12) и датчик давления (13) с выводом их показаний в блок управления (7) установки. Также с помощью блока управления (7) осуществляют контроль за работой газовой горелки (14). Проточная установка оснащена автоматической системой HMI PLC SCADA, с помощью которой задаются алгоритм работы оборудования и устанавливаются параметры проведения суб- или сверхкритического процесса: температуры, давления, скорости подачи исходных продуктов насосами низкого (3) и высокого давления (5). Автоматическая система HMI PLC SCADA обеспечивает гарантированный контроль за реализацией технологического процесса и безопасность проведения технологического процесса.

Основные максимальные технические параметры работы проточной СК установки приводятся в таблице 1.

Таблица 1 - Основные технические параметры работы проточной сверхкритической установки для получения БД топлива

№ п/п	Показатели	Технические параметры	Ед. измерений
1.	Поток исходного продукта №1	200	мл/мин
2.	Поток исходного продукта №2	200	мл/мин
3.	Температура реактора	400	°С
4.	Давление максимальное	400	бар
5.	Сепаратор циклонный	3	л
6.	Холодильная установка	3	кВт
7.	Питание	380 В, 3фазы	
8.	Длина реактора	60	м
9.	Диаметр реактора	10	мм

Предлагаемая мобильная универсальная проточная сверхкритическая установка может быть использована для решения широкого спектра производственных и прикладных задач в условиях суб- и сверхкритических сред.

Ниже приводятся примеры использования предлагаемой мобильной универсальной проточной суб- и сверхкритической установки.

Пример 1.

Получение БД топлива. В качестве исходных модельных продуктов для переэтерификации использовали 100% рапсовое масло, произведенное ОАО "Астон" ГОСТ Р53457-2009 и 95% этиловый гидролизный спирт, которые заполняли в резервуары установки 1 и 2, (см. рисунок 2). С помощью блока управления (7) задавали исходные параметры работы проточного трубчатого реактора: температуру 350°C и давление 300 атм. Используя блок управления (7), устанавливали параметры подачи в смеситель (5) масла и спирта в мольном соотношении 1:42, соответственно, а также скорость подачи в реактор смеси компонентов (200 мл/мин) из смесителя (4) в проточный реактор (6) с помощью насоса высокого давления (5). В этих условиях процесс получения БД топлива завершался по истечении 15 минут.

Полученные в результате переэтерификации масла продукты реакции: этиловые эфиры жирных кислот и глицерина разделяли на сепараторе (11) или отстаиванием, путем разделения двух несмешивающихся фаз глицерина и эфиров жирных кислот. Избыток этанола конденсировали в холодильнике (10) и возвращали в проточный реактор для его последующего вторичного использования при получении БД топлива. Определение содержания этиловых эфиров жирных кислот по завершении реакции переэтерификации осуществляли методом корреляции состава БД топлива и его кинематической вязкости по калибровочному графику (Gabitova A.R., Mazanov S.V., Usmanov R.A., Zaripov Z.I., Gumerov F.M., Abdulagatov I.M. *Viscometry as a method for determining concentration of fatty acid ethyl esters in biodiesel fuel / Chemistry and Technology of Fuels and Oils.* – 2017. - V.53. - №1. - P. 77-86). Для определения коэффициента кинематической вязкости применяли стандартный вискозиметр ВПЖ-2 с диаметром капилляра 0,56 мм ГОСТ 10028-81. Измерение вязкости каждого образца проводилось 5 раз, по полученным данным было вычислено среднее значение. Для вычисления вязкости использовалась формула 1:

$$v = g \cdot T \cdot K / 9,807 \quad (1)$$

где: К - постоянная вискозиметра (К=0,01 для ВПЖ-2 с диаметром 0,56 мм); Т - время истечения жидкости в секундах; v - кинематическая вязкость жидкости; g - ускорение свободного падения (м/с<sup>2</sup>).

Содержание эфиров жирных кислот, полученных на основании результатов измерения кинематической вязкости образцов продукта после реакции переэтерификации определяли по уравнению 2:

$$X_{\text{FAEE}} (\%) = A \cdot \ln(v) + B \quad (2)$$

где:  $X$  – массовая доля образца FAEE, %;  $v$  – кинематическая вязкость,  $\text{мм}^2/\text{с}$ ;  $A = -51,061$  и  $B = 174,44$  – коэффициенты (Mazanov S.V., Gabitova A.R., Usmanov R.A., Gumerov F.M, Labidi S., Amar M.B., Passarello J-P., Kanaev A., Volle F., LeNeindre B. Continuous production of biodiesel from rapeseed oil by ultrasonic assist transesterification in supercritical ethanol / The Journal of Supercritical Fluids. – 2016. - V.118. - P. 107–118). В результате аналитических исследований была определена конверсия масла в эфиры жирных кислот, полученных в сверхкритических условиях, она составила 98%.

Пример 2.

Проточная установка использовалась для стерилизации молока. Стерилизацию молока проводили в интервале температур 75-90 °С. Колебание температуры в проточном реакторе составляло  $\pm 2\%$ . Для стерилизации и получения кисломолочных продуктов в проточный реактор вводили диоксид углерода при температуре и давлении, соответствующих его критической точке ( $T = 31,2^\circ\text{C}$  и  $P = 72,8$  атм.)

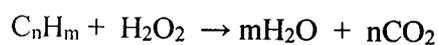
Пример 3.

Предлагаемая проточная установка использовалась для обеззараживания и стерилизации воды из артезианских скважин. Стерилизацию воды проводили в интервале температур от 95 до 120 °С при давлении от 1 до 100 атм. Кроме того, проточная установка использовалась для получения дистиллированной воды. Водяной пар, поступающий из проточного реактора, (6) направлялся в испаритель (9) и конденсировался в холодильнике (10) установки. Производительность установки при получении дистиллированной воды составляла 12 литров в час.

Пример 4.

Проточную установку применяли для утилизации промышленных жидких отходов молочного производства - сыворотку молока. Для утилизации сыворотки молока использовали метод сверхкритического водного окисления (СКВО). Проточная сверхкритическая установка работает следующим образом. Сыворотку молока предварительно смешивали с 30-35% перекисью водорода. Затем приготовленную смесь с помощью насоса высокого давления подают в проточный реактор, в котором поддерживают сверхкритические параметры воды:  $T = 380^\circ\text{C}$ ;  $P = 250$  атм. Тепло, выделяемое в результате экзотермической реакции сверхкритического водного окисления, поддерживает высокую

температуру в реакторе. При переходе водного стока в сверхкритическое состояние в присутствии окислителя - 35% перекиси водорода происходит превращение органических соединений в  $\text{CO}_2$  и чистую воду. Неорганические соединения в процессе СКВО сыворотки молока практически не образовывались. Общее уравнение СКВО сыворотки молока в присутствии перекиси водорода можно представить в виде уравнения.



Из вышеприведенных примеров видно, что предлагаемая проточная сверхкритическая установка позволяет утилизировать жидкие отходы молочного производства, получать БТ из отходов масложировой промышленности, т.е. улучшать экологическую обстановку.

Существенным преимуществом созданной проточной сверхкритической установки является её высокая эффективность, типичная для большинства процессов, реализуемых в суб- и сверхкритических условиях. Имея относительно небольшие размеры, установка может обеспечить выход целевого продукта в объеме малого предприятия, при этом она отвечает основным требованиям экологической безопасности.

Использование газа для разогрева проточного реактора является другим важным экономическим преимуществом созданной установки по сравнению с аналогичными проточными системами, в которых для разогрева реактора необходима электроэнергия, что является основной причиной их низкой экономической рентабельности и непригодности для использования в промышленном производстве. Мобильная универсальная проточная сверхкритическая установка может быть использована для решения широкого спектра прикладных задач и являться моделью при создании крупных промышленных производств.

## ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Мобильная универсальная проточная суб - сверхкритическая установка, содержащая резервуары для исходного сырья, проточный реактор с нагревательным элементом, холодильник, сепаратор, насос высокого давления, регулятор давления, отличающаяся тем, что проточный реактор выполнен из толстостенной нержавеющей стальной трубки, изогнутой в виде спирали, расположенный на периферии цилиндрического полого стального корпуса, в центре которого установлен нагревательный элемент – газовая горелка, в нижней части которой расположен патрубок, а установка дополнительно снабжена дозирующим насосом, резервуаром-смесителем, снабженным камерой смешения, соплом с поперечным суженным сечением, которые расположены до проточного реактора, регулятора давления, вентильного узла, сосудом-испарителем, расположенным после регулятора давления, термопарой, датчиком давления, которые установлены внутри проточного реактора, и термопарой, установленной снаружи проточного реактора, и автоматизированной системой управления.

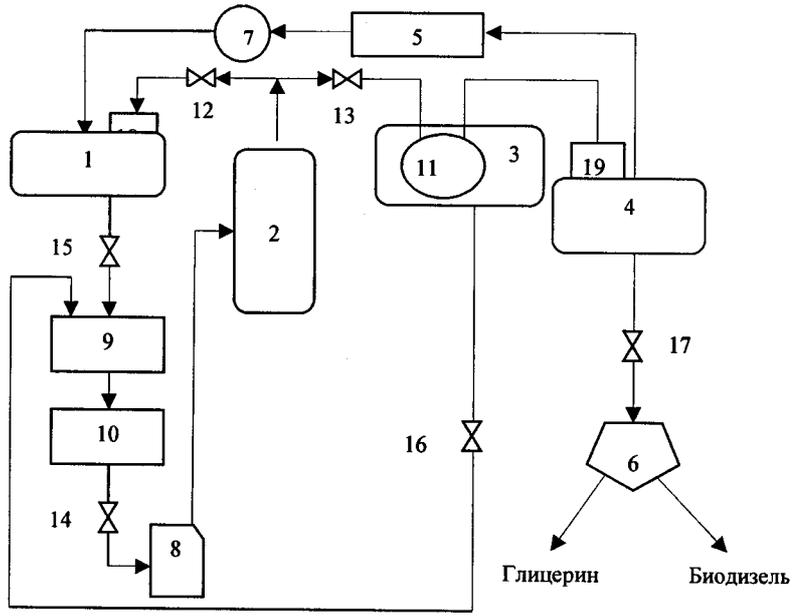


Рисунок 1

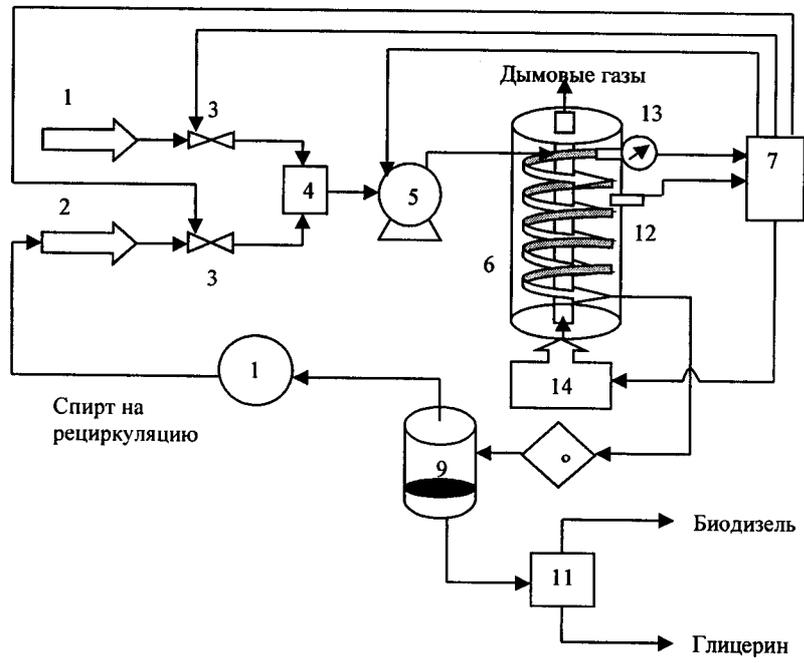


Рисунок 2

**ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ ПОИСКЕ**  
(статья 15(3) ЕАПК и правило 42 Патентной инструкции к ЕАПК)

Номер евразийской заявки:  
**202091972**

**А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:**  
**B01J 19/02** (2006.01)  
**B01J 19/20** (2006.01)  
**B01J 19/32** (2006.01)  
**C02F 9/00** (2006.01)

Согласно Международной патентной классификации (МПК)

**Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:**  
 Просмотренная документация (система классификации и индексы МПК)  
 B01J 19/02, 19/20, 19/32, C02F 9/00, C11C 3/10, C10L 1/19, A23L 3/005, 3/3418, C02F 1/04, 1/72, 9/10, 101/30

Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если, возможно, используемые поисковые термины)

**В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ**

Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
A	БИКТАШ Шамиль Айратович. Теплофизические свойства термодинамических систем и технологические закономерности получения биодизельного топлива топлива в суб- и сверхкритических флюидных условиях в реакторе периодического действия. Автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук. Казань, 2015	1
A	RU 156632 U1 (ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕС-СИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ "КАЗАНСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ" (ФГБОУ ВПО "КНИТУ")) 10.11.2015	1
A	МАЗАНОВ Сергей Валерьевич. Изобарная теплоемкость реакционной смеси и технологические закономерности получения биодизельного топлива в суб- и сверхкритических флюидных условиях в проточном реакторе в присутствии гетерогенного катализатора. Автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук. Казань, 2015	1

последующие документы указаны в продолжении

\* Особые категории ссылочных документов:  
 «А» - документ, определяющий общий уровень техники  
 «D» - документ, приведенный в евразийской заявке  
 «E» - более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее  
 «O» - документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.  
 "P" - документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета"

«Т» - более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения  
 «Х» - документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности  
 «У» - документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории  
 «&» - документ, являющийся патентом-аналогом  
 «L» - документ, приведенный в других целях

Дата проведения патентного поиска: **01/06/2021**

Уполномоченное лицо:  
Начальник Управления экспертизы



Документ подписан  
электронной подписью

Сертификат: 1602592177464  
 Владелец: С.Н.Рогожин  
 Действителен: 13.10.2020-13.10.2021

Д.Ю. Рогожин