



(51) МПК  
**B01D 53/24** (2006.01)  
**B01D 53/00** (2006.01)  
**B01D 3/30** (2006.01)  
**B01D 1/14** (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: **2012103287/05**, **31.01.2012**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
**31.01.2012**

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **31.01.2012**

(45) Опубликовано: **10.08.2013** Бюл. № 22

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **US 4597835 A**, **01.07.1986**. **RU 2259859 C2**, **10.09.2005**. **US 0004548618 A1**, **22.10.1985**. **US 0004265648 A1**, **05.05.1981**. **KR 1020050105270 A**, **03.11.2005**. **RU 2124929 C1**, **20.01.1999**.

Адрес для переписки:

**614000, г.Пермь, ул. 25 Октября, 17, кв.5,  
 И.Б. Мерзлякову**

(72) Автор(ы):

**Мерзляков Игорь Борисович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

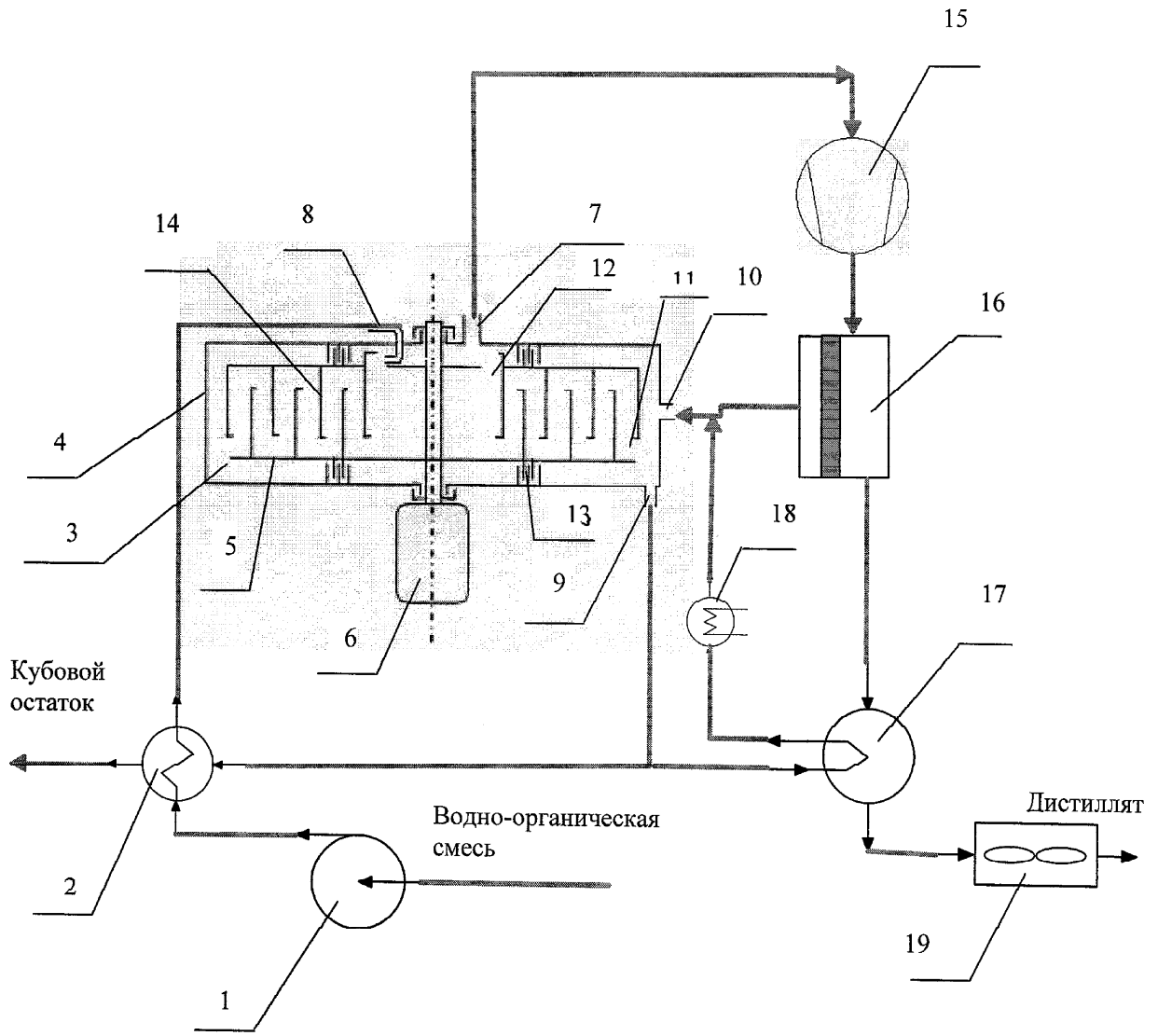
**Мерзляков Игорь Борисович (RU)**

**(54) СПОСОБ РАЗДЕЛЕНИЯ ВОДНО-ОРГАНИЧЕСКИХ СМЕСЕЙ И УСТРОЙСТВО ДЛЯ ЕГО ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к технологии фракционирования водно-органических смесей и используется в химической, нефтехимической, газодобывающей промышленности. Исходную смесь разделяют на поток пара с высоким расчетным содержанием тяжелой фракции и жидкостный остаток. Паровой поток подогревают путем механической компрессии и подают на поверхность пароразделительной мембраны. От потока отделяют водяной пар, а дистиллят используют для нагрева кубовой жидкости. Ректификацию проводят при противоточном и перекрестном движении жидкости и газа. Устройство включает центробежный ректификационный аппарат, кипятильник и холодильник, компрессор, мембранный

аппарат с пароразделительными мембранами с преимущественной проницаемостью водяного пара, конденсатор-ребойлер. Ротор центробежного ректификационного аппарата содержит цилиндрические концентрические неполные перегородки, образующие лабиринтное пространство, с отбортовкой по свободному краю, направленной к центру ротора, и перфорации на боковой поверхности. Внутренние поверхности ротора имеют полимерное гидрофобное покрытие. Группа изобретений обеспечивает снижение материалоемкости и габаритных размеров оборудования, энергосбережение, повышение стойкости к коррозии и отложению солей, повышение качества продуктов и удобства эксплуатации при разделении водно-органических смесей. 2 н.п. ф-лы, 1 ил., 1 пр.



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
**B01D 53/24** (2006.01)  
**B01D 53/00** (2006.01)  
**B01D 3/30** (2006.01)  
**B01D 1/14** (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2012103287/05, 31.01.2012

(24) Effective date for property rights:  
31.01.2012

Priority:

(22) Date of filing: 31.01.2012

(45) Date of publication: 10.08.2013 Bull. 22

Mail address:

614000, g.Perm', ul. 25 Oktjabrja, 17, kv.5, I.B.  
Merzljakovu

(72) Inventor(s):

**Merzljakov Igor' Borisovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Merzljakov Igor' Borisovich (RU)**

(54) **METHOD OF SEPARATING WATER-ORGANIC MIXES AND DEVICE TO THIS END**

(57) Abstract:

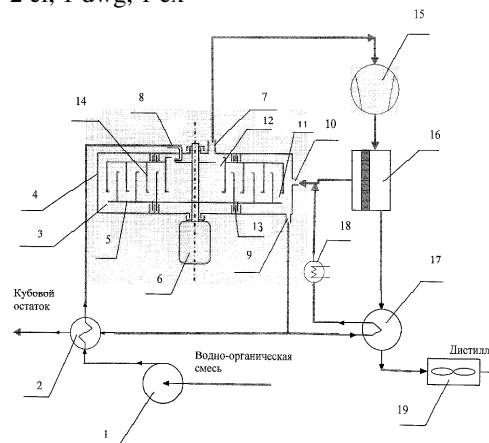
FIELD: process engineering.

SUBSTANCE: invention relates to separation of water-organic mixes to be used in chemical, petrochemical and gas industries. Initial mix is divided in steam flow with high design content of heavy fraction and liquid residuum. Steam flow is heated by mechanical compression and fed to steam-separation membrane surface. Steam is separated from said flow while distillate is used for heating bottom fluid. Rectification is carried out in countercurrent and cross motion of fluid and gas flows. Proposed device comprises rotary rectifier, boiler, refrigerator, compressor, membrane assembly with steam-separation membranes with mainly steam permeability and condenser-reboiler. Rectifier rotor comprises cylindrical concentric baffles to make labyrinth space with folding along free edge directed to rotor center and perforation on side surface.

Rotor inner surfaces are coated with polymer hydrophobic material.

EFFECT: decreased metal input and overall dimension, power savings, higher resistance to corrosion, efficient separation.

2 cl, 1 dwg, 1 ex



RU 2 489 198 C1

RU 2 489 198 C1

Изобретение относится к способам и устройствам фракционирования водно-органических смесей и может быть использовано в химической, нефтехимической, газодобывающей промышленности.

Заявляемый способ может применяться для отделения от воды органических веществ, полностью или частично растворимых в воде, с температурой кипения до 130 градусов С.

Известен способ разделения водно-органических смесей методом непрерывной ректификации, согласно которому исходную смесь подогревают теплом отходящего кубового остатка и подают на питающую тарелку ректификационной колонны. Поток пара, поднимающегося по ректификационной колонне поддерживают испарением части кубовой жидкости в кипятильнике, а поток жидкости, текущей по колонне сверху вниз - возвратом части флегмы, образующейся при конденсации выходящих из колонны паров в дефлегматоре. Оставшуюся часть флегмы охлаждают в холодильнике и выводят в сборник дистиллята. Низом колонны отводят кубовой остаток, который охлаждают и отводят в сборник кубового остатка (Ю.И. Дытнерский Процессы и аппараты химической технологии, ч. 2 - М.: Химия, 1995, с.114-117).

Известны ректификационные аппараты для осуществления известного способа. Основными типами аппаратов являются тарельчатые и насадочные колонны, снабженные теплообменной аппаратурой (кипятильником, подогревателем, конденсатором-дефлегматором, холодильниками дистиллята и кубового остатка) (Ю.И. Дытнерский Процессы и аппараты химической технологии, ч.2 - М.: Химия, 1995, с.114-117).

Общими недостатками известного способа и устройства являются:

- высокая материалоемкость

- высокие энергозатраты, связанные с энергоемкостью дистилляции и тепловыми потерями при охлаждении дистиллята и кубового остатка и погодными влияниями на колонну.

- сложная организация производства при дефиците производственных площадей (на транспортных средствах, на нефтяной платформе и др.)

- сложное обслуживание колонны с применением специальных устройств и высотных работ.

Наиболее близким к заявляемому по технической сущности является способ и устройство для непрерывной ректификации в центробежном поле (Still, US patent 4597835 B01D 1/22, 1986 г.).

Устройство для непрерывной ректификации в центробежном поле включает центробежный ректификационный аппарат, холодильник и кипятильник.

Центробежный ректификационный аппарат состоит из корпуса, внутри которого по центральной оси на валу закреплен ротор имеющий форму вертикального тонкостенного цилиндра, в полости которого расположены вертикальные неполные концентрические конические перегородки, образующие зигзагообразное пространство для противоточного движения жидкости и пара. Возможен монтаж двух аппаратов на едином вертикальном валу, образуя исчерпывающую и укрепляющую секции.

Способ непрерывной ректификации в центробежном поле позволяет производить разделение смесей жидких веществ по точкам кипения. Поток жидкости, образующийся за счет поступающего сырья и флегмы движется центробежно, в случае многороторной системы, переходя с периферии вышележащего ротора в центральную часть нижележащего. Поток пара, генерируемого кипятильником, движется

центростремительно, последовательно переходя с периферии нижележащего ротора в его центр и на периферию вышележащего. Паровой поток дистиллята выводят из центральной части верхнего ротора, конденсируют в холодильнике и выводят из системы. Кубовой остаток выводят низом центробежного ректификационного

5 аппарата.

Недостатками известного способа и устройства являются:

- сходящее к центру движение пара и большая его скорость, а также малая скорость жидкости в центре, создают условия для захлебывания в центральной части ротора

10 при минимальном изменении парообразования

- малое время контакта жидкости и пара при высокой скорости противоточного движения снижает разделительные возможности устройства даже при очень интенсивном массообмене.

15 - неустойчивость к отложению солей, органических пленок, коррозии обусловлена предусмотренным в конструкции аппарата теплообменом между жидкостью и паром за счет теплопередачи через внутрироторные перегородки.

- высокие энергозатраты сохраняются.

Изобретение решает техническую задачу, заключающуюся в снижении 20 материалоемкости и габаритных размеров оборудования, энергосбережении, повышении стойкости к коррозии и отложению солей, повышении качества продуктов и удобства эксплуатации при разделении водно-органических смесей.

Сущность изобретения заключается в следующем.

25 В заявляемом способе разделения водно-органических смесей с использованием непрерывной ректификации в центробежном поле, согласно изобретению исходную смесь разделяют на поток пара с высоким расчетным содержанием тяжелой фракции и жидкостный остаток, затем паровой поток подогревают путем механической компрессии и подают на поверхность пароразделительной мембраны, где от потока 30 отделяют водяной пар, а дистиллят используют для нагрева кубовой жидкости, причем ректификацию проводят в центробежном поле в условиях противоточного и перекрестного движения жидкости и газа, а поверхность испарения обладает гидрофобными свойствами.

35 Устройство для разделения водно-органических смесей, включающее центробежный ректификационный аппарат, кипятильник и холодильник, дополнительно содержит компрессор, мембранный аппарат с пароразделительными мембранами с преимущественной проницаемостью водяного пара, конденсатор-ребойлер, при этом ротор центробежного ректификационного аппарата содержит цилиндрические 40 концентрические неполные перегородки, образующие лабиринтное пространство внутри ротора, имеющие по свободному краю отбортовку, направленную к центру ротора и перфорации на боковой поверхности, а внутренние поверхности ротора имеют полимерное гидрофобное покрытие.

45 Из источников информации известны способы ректификации в комбинации с энергосберегающими схемами и мембранным разделением (Статья «How to Improve the Energy Savings in Distillation and Hybrid Distillation-Pervaporation Systems», авторы Petar Pribic, Mario Roza & Laurent Zuber. Журнал «Separation Science and Technology» 41:11, 2581-2602, 2006 г.).

50 Однако одновременное использование ректификации в центробежном поле, энергосберегающей схемы с механической компрессией пара и мембранным разделением паровой смеси с целью энергосбережения, снижения материалоемкости, повышения устойчивости к отложению солей и удобству в эксплуатации при

выделении чистых органических веществ из водных смесей, в известных источниках информации не описано.

Использование центробежного ректификационного аппарата в энергосберегающей схеме с механической компрессией пара позволяет точно дозировать поступление  
5 тепла в систему путем управления производительностью компрессора. Благодаря малому объему центробежного аппарата и малому количеству одновременно обрабатываемой среды, отсутствует инерционное звено в цепи циркуляции тепла - это улучшает управляемость системы и позволяет поддерживать работоспособность  
10 аппарата на грани «захлебывания», то есть на максимальной производительности.

Использование центробежного ректификационного аппарата в сочетании с мембранным разделением снижает требования к центробежному аппарату по фракционному составу дистиллята, что позволяет уменьшить диаметр ротора и/или  
15 использовать только исчерпывающую секцию, это дополнительно существенно снижает энергозатраты, а также упрощает конструкцию и повышает надежность вращающегося аппарата.

Мембранный аппарат находится в напорной линии компрессора, что создает разделительную ступень без дополнительных энергозатрат.

К рабочим элементам мембран предъявляются следующие требования -  
20 устойчивость к агрессивной перерабатываемой среде, устойчивость к давлению в системе до 0,5 МПа, максимальная температура эксплуатации должна быть выше точки росы перерабатываемой среды, преимущественная проницаемость для водяного пара. Этим требованиям удовлетворяют композиционные полимерные мембраны с  
25 гидрофильным разделительным слоем из поливинилового спирта или ацетата целлюлозы. Такие мембраны производятся, например, фирмой Membrane Technology and Research, Inc. (США).

Заявляемое техническое решение предусматривает улучшение разделительных  
30 характеристик центробежного ректификационного аппарата за счет вертикального расположения внутрироторных концентрических перегородок, наличия отбортовки свободного края перегородки в сторону центра ротора и наличия перфораций на боковой поверхности перегородки. Это увеличивает время экспозиции жидкости в роторе и образует паровые потоки в двух направлениях - противоточно жидкости  
35 через лабиринтное пространство и перекрестно с движением жидкости - через перфорации в перегородках, при этом возможно нанесение на внутренние поверхности гидрофобного покрытия, так как теплопроводность стенки перегородки становится несущественной. Гидрофобное полимерное покрытие смачивается  
40 органической фазой, что увеличивает время пребывания органики в роторе и улучшает разделение смеси. Кроме того покрытие повышает устойчивость конструкции к отложению солей и коррозии.

Повышение устойчивости к коррозии и отложению солей также обусловлено следующими факторами

45 - самоочищающийся ротор за счет высоких скоростей и турбулентности потоков  
- возможность изготовления компактного центробежного дистилляционного аппарата из коррозионностойких материалов без существенного повышения экономических затрат. В зависимости от кислотности перерабатываемой смеси и  
50 содержания солей, аппарат может быть изготовлен из аустенитной нержавеющей стали, аустенитно-ферритной стали, из медно-никелевых сплавов, например монель, из титана.

- применение в качестве конденсатора-ребойлера пластинчатого теплообменного

аппарата из коррозионно-стойких материалов.

Задача повышения удобства в эксплуатации решается благодаря компактности устройства и способу нагрева механической компрессией пара. За счет этого достигается - возможность размещения установки в помещении и независимость от погодных условий, быстрый запуск и останов, быстрая разборка для очистки и ремонта, отсутствие высотных работ при обслуживании, отсутствие парового хозяйства, отсутствие вредных выбросов в атмосферу.

В заявленных технических решениях сочетаются преимущества известных технологий ректификации в центробежном поле, мембранного разделения водно-органических смесей и энергосберегающей схемы - открытый цикл механической компрессии пара и устраняются их недостатки, решая проблему безопасного получения чистых органических веществ из водных смесей ресурсосберегающим способом.

Изобретение проиллюстрировано чертежом. На фиг.1 представлена схема установки, реализующей заявляемый способ.

Установка включает насос 1 подачи сырья через подогреватель 2 в центробежный ректификационный аппарат 3, представляющий собой корпус 4, внутри которого по центральной оси расположен ротор 5 с приводом от внешнего электродвигателя 6. В верхней части корпуса 4 расположены патрубки вывода пара 7 и ввода жидкости 8, в нижней части корпуса 4 расположены патрубки вывода жидкости 9 и ввода пара 10.

Ротор 5 представляет собой полый цилиндр диаметром от 300 до 1500 мм, соотношение высоты к диаметру от 2:1 до 1:20. На боковой поверхности ротора в нижней части имеются открытые пространства 11 для входа пара и выхода жидкости. В центральной части верхней поверхности ротора имеются каналы 12 для вывода пара и ввода жидкости.

Периферическое и центральное пространство между ротором и корпусом разделены лабиринтными уплотнениями 13.

В полости ротора к верхней и нижней стенкам прикреплены концентрические перегородки 14, высотой меньше высоты ротора, за счет чего внутри ротора образуется лабиринтное пространство. Концентрическая перегородка 14 имеет по свободному краю отбортовку в сторону центра, перфорации на боковой поверхности от 1 до 5 мм диаметром и тефлоновое покрытие. Скорость вращения ротора от 500 до 3000 оборотов в минуту. Ротор может быть изготовлен из нержавеющей стали, алюминиевых сплавов, композитных полимерных материалов и других материалов, обеспечивающих необходимые прочностные характеристики.

Компрессор 15 безмасляного типа, обеспечивающий необходимую производительность и избыточное давление от 0,05 до 0,4 МПа.

Мембранный аппарат 16 содержит мембранные модули, площадь поверхности мембран определяется требованиями фракционному составу продуктов и экономической целесообразностью. Повышение степени ректификации снижает потребность в мембранах, но повышает энергопотребление.

Конденсатор-ребойлер 17 представляет собой теплообменный аппарат, предпочтительно пластинчатого типа для минимизации разности температур теплообменивающихся сред, что критично для функционирования мембран.

Дополнительный кипятильник 18 и дополнительный холодильник 19 применяются для холодного старта теплоинтегрированного процесса.

Способ осуществляется следующим образом

Исходную водно-органическую смесь насосом 1 с заданной скоростью подают в

подогреватель 2 и далее в корпус 4 центробежного ректификационного аппарата 3, через входной патрубок 8 и далее в полость ротора через каналы 12. В роторе под действием центробежной силы жидкость диспергируется в капли, нити, пленки, измеряемые микро и нанометрами, за счет чего создается большая, быстрообновляемая площадь поверхности газожидкостного контакта, далее жидкость накапливается на внутренней поверхности перегородки 14, переливается через отбортовку свободного края и вновь диспергируется, таким образом повторяются циклы дисперсии-концентрации жидкости. Жидкость выводят из ротора через свободные пространства 11 и далее через патрубок 9 выводят из центробежного ректификационного аппарата в виде кубового остатка. Часть кубового остатка выводят из центробежного ректификационного аппарата 3 в конденсатор-ребойлер 17, для генерации восходящего пара, оставшаяся часть охлаждают входящим сырьем и выводят из системы.

Пар, входящий в центробежный ректификационный аппарат образуется при нагреве кубовой жидкости в конденсаторе-ребойлере 17 и при пермеации в мембранном аппарате 16. Через патрубок 10 пар вводят в периферическую часть корпуса, отделенную от центральной части уплотнениями 13, далее пар через пространства 11 поступает в ротор и направляется к центру через лабиринтные пространства между перегородками и через перфорации в перегородках, создавая противоточное и перекрестное взаимодействие с жидкостью. Через патрубок 7 пар выводят из ректификационного аппарата.

Выходящий из ректификационного аппарата пар сжимают компрессором 15 для повышения температуры потока до расчетной величины. Далее пар направляют в мембранный аппарат 16, где отделяют водяной пар. Водяной пар направляют в ректификационный аппарат, возвращая в систему латентную теплоту испарения. Паровой поток дистиллята конденсируют в конденсаторе-ребойлере 17, дополнительно охлаждают в холодильнике 19 и выводят из системы.

В общем случае представлена схема разделения водно-органической смеси, в которой легкокипящая фракция - органика. В случае, когда легкокипящая фракция - вода, способ реализуется аналогично, но в системе циркулирует ретентат, а пермеат выводится в виде дистиллята. Также заявляемые способ и устройство могут применяться в схемах с укрепляющей секцией для увеличения степени ректификации и снижения нагрузки на мембраны, а также в схемах разделения многокомпонентных и азеотропных смесей. Эти схемы известны и могут быть разработаны специалистом при решении конкретной технологической задачи.

Пример осуществления способа

Центробежный ректификационный аппарат содержит ротор диаметром 300 мм, высотой 100 мм, скорость вращения 800 оборотов в минуту. Ротор работает в режиме исчерпывающей секции. Мощность мотора электропривода 0,37 кВт

Мембранный компрессор с мощностью электропривода 1,1 кВт, мембранный модуль 2 м<sup>2</sup> содержит гидрофильную мембрану с разделительным слоем из ацетата целлюлозы.

Сырье - водный раствор метанола 26% с температурой 15 гр. С.

Производительность переработки составила 150 л сырья в час.

После окончания процесса переработки получены следующие результаты

Дистиллят 99,7% метанол

Кубовой остаток 99,5 вода

Удельный расход электроэнергии составил 0,04 кВтч/л дистиллята



## Формула изобретения

1. Способ разделения водно-органических смесей с использованием непрерывной ректификации в центробежном поле, отличающийся тем, что исходную смесь  
5 разделяют на поток пара с высоким расчетным содержанием тяжелой фракции и жидкостный остаток, затем паровой поток подогревают путем механической компрессии и подают на поверхность пароразделительной мембраны, где от потока отделяют водяной пар, а дистиллят используют для нагрева кубовой жидкости,  
10 причем ректификацию проводят в центробежном поле в условиях противоточного и перекрестного движения жидкости и газа, а поверхность испарения обладает гидрофобными свойствами.

2. Устройство для разделения водно-органических смесей, включающее  
15 центробежный ректификационный аппарат, кипятильник и холодильник, отличающееся тем, что оно дополнительно содержит компрессор, мембранный аппарат с пароразделительными мембранами с преимущественной проницаемостью водяного пара, конденсатор-ребойлер, при этом ротор центробежного  
20 ректификационного аппарата содержит цилиндрические концентрические неполные перегородки, образующие лабиринтное пространство внутри ротора, имеющие по свободному краю отбортовку, направленную к центру ротора и перфорации на боковой поверхности, а внутренние поверхности ротора имеют полимерное гидрофобное покрытие.

25

30

35

40

45

50