



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ(21)(22) Заявка: **2012118350/05, 03.05.2012**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
03.05.2012

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **03.05.2012**(43) Дата публикации заявки: **10.11.2013** Бюл. № 31(45) Опубликовано: **27.02.2014** Бюл. № 6(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **RU 2291740 C2, 20.01.2007. RU 2455232 C2, 10.07.2012. US 5507860 A, 04.16.1996. WO 9954023, 28.10.1999.**

Адрес для переписки:

**630090, г.Новосибирск, ул. Институтская, 4/1,
ФГБУН Институт теоретической и
прикладной механики им. С.А.
Христиановича Сибирского отделения РАН
(ИТПМ СО РАН)**

(72) Автор(ы):

**Фомин Василий Михайлович (RU),
Зиновьев Виталий Николаевич (RU),
Казанин Иван Викторович (RU),
Лебига Вадим Аксентьевич (RU),
Пак Алексей Юрьевич (RU),
Верещагин Антон Сергеевич (RU),
Фомина Анна Федоровна (RU),
Аншиц Александр Григорьевич (RU),
Булучевский Евгений Анатольевич (RU),
Лавренев Александр Валентинович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Институт теоретической и
прикладной механики им. С.А.
Христиановича Сибирского отделения
Российской академии наук (ИТПМ СО
РАН) (RU)**

(54) СПОСОБ РАЗДЕЛЕНИЯ МНОГОКОМПОНЕНТНОЙ ПАРОГАЗОВОЙ СМЕСИ

(57) Реферат:

Способ разделения многокомпонентной парогазовой смеси относится к химической, нефтехимической, газовой промышленности и может быть использован при извлечении или концентрировании одного или нескольких целевых компонентов из многокомпонентной парогазовой смеси, например гелия из природного газа. Согласно способу разделение многокомпонентной парогазовой смеси с ее одновременной осушкой производят в цикле. При этом парогазовую смесь, поступившую в адсорбционную емкость, выдерживают в течение времени, необходимого для достижения заданного перепада парциальных давлений целевого продукта вне и внутри

полых сферических частиц, стенки которых выполнены из селективно-проницаемого материала по отношению к целевому продукту, например из алюмосиликатного стекла, одновременно происходит осушка и сорбция сопутствующего продукта гигроскопичным материалом гранул, например γ -оксидом алюминия ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$), поглощающим пары жидкости, затем осуществляют десорбцию целевого и сопутствующего продуктов, после чего цикл повторяют. Изобретение позволяет повысить эффективность и качество разделения многокомпонентной парогазовой смеси с выделением целевого продукта при одновременной осушке смеси. 6 ил.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2012118350/05, 03.05.2012**(24) Effective date for property rights:
03.05.2012

Priority:

(22) Date of filing: **03.05.2012**(43) Application published: **10.11.2013 Bull. 31**(45) Date of publication: **27.02.2014 Bull. 6**

Mail address:

**630090, g.Novosibirsk, ul. Institutskaja, 4/1,
FGBUN Institut teoreticheskoy i prikladnoj
mekhaniki im. S.A. Khristianovicha Sibirskogo
otdelenija RAN (ITPM SO RAN)**

(72) Inventor(s):

**Fomin Vasilij Mikhajlovich (RU),
Zinov'ev Vitalij Nikolaevich (RU),
Kazanin Ivan Viktorovich (RU),
Lebiga Vadim Aksept'evich (RU),
Pak Aleksej Jur'evich (RU),
Vereshchagin Anton Sergeevich (RU),
Fomina Anna Fedorovna (RU),
Anshits Aleksandr Grigor'evich (RU),
Buluhevskij Evgenij Anatol'evich (RU),
Lavrenov Aleksandr Valentinovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe
uchrezhdenie nauki Institut teoriticheskoy i
prikladnoj mekhaniki im. S.A. Khristianovicha
Sibirskogo otdelenija Rossijskoj akademii nauk
(ITPM SO RAN) (RU)**

(54) **METHOD OF MULTICOMPONENT GAS-VAPOR MIX SEPARATION**

(57) Abstract:

FIELD: process engineering.

SUBSTANCE: proposed method relates to chemical, petrochemical and gas industries and can be used for extraction or concentration of one or several target components from multicomponent mix, for example, helium from natural gas. In compliance with this method, separation is effected at a time with mix drying in a cycle. Note here that vapor-gas mix fed to adsorption is kept for a time required for reaching preset partial differential pressure of target product outside and inside hollow spherical

particles. Walls of said particles are made of selectively permeable material relative to target product, for example, from aluminosilicate glass. Simultaneously, byproduct is dried and sorbed by granules humectants, for example, γ -aluminium oxide (γ -Al₂O₃) absorbing fluid vapors. Then, desorption of target product and byproduct are desorbed to repeat the cycle.

EFFECT: higher efficiency and quality of separation.

1 cl, 6 dwg

Способ относится к химической, нефтехимической, газовой промышленности и может быть использован при извлечении или концентрировании одного или нескольких целевых компонентов из многокомпонентной парогазовой смеси, например гелия из природного газа.

Предлагаемый способ относится к области разделения газовых и парогазовых смесей, в частности к способам мембранного разделения.

Известен способ разделения газовой смеси, включающий стадии сжатия исходной газовой смеси, пропускания сжатой смеси через пространство между мембранными элементами, диффузию проникающего компонента газовой смеси через полупроницаемую мембрану мембранных элементов и отвод проникшего компонента. Мембранные элементы выполнены в виде полых замкнутых тел, а отвод проникшего компонента осуществляют после прекращения пропускания сжатой смеси путем вакуумирования пространства между мембранными элементами и обратной диффузии проникшего компонента через полупроницаемую мембрану [1].

Недостатком данного способа диффузионного газообмена является возможность вывода только одного или нескольких целевых продуктов из потока газовой смеси, проникающих через материал мембранных элементов, и невозможность дополнительного отделения сопутствующих элементов из газовой смеси, проходящей сквозь мембрану.

Известен также способ мембранного разделения газов и жидкостей, включающий подачу разделяемой смеси с одной стороны полупроницаемой мембраны из сополимера тетрафторэтилена с виниловыми эфирами общей формулы. Проникшие компоненты отбирают с другой стороны мембраны. Данная мембрана позволяет эффективно выделять амины [2].

Недостатком данного способа является ограниченная производительность в виду малой относительной площади поверхности мембраны и невысокая надежность. При любом повреждении полупроницаемой мембраны через нее начинает проходить исходная газовая смесь без разделения, в результате чего качество выделяемого продукта ухудшается.

Прототипом предлагаемого способа может служить способ и система разделения газовой смеси [3]. Система разделения газовой смеси, содержащая гелий, включает селективно-проницаемую мембрану, разделяющую область подачи указанной смеси и область выделения компонентов смеси. Согласно патенту мембрана выполнена в виде слоя гранул из материала, адсорбирующего сопутствующий и пропускающий целевой продукт - гелий, при этом гранулы заполнены полыми замкнутыми телами, стенки которых выполнены из материала, пропускающего и удерживающего внутри тела только целевой продукт. Указанную газовую смесь пропускают через слой элементов мембраны до их полного насыщения целевым продуктом, затем поток перекрывают и осуществляют процесс регенерации мембраны, при этом выделение целевого продукта из полых замкнутых тел осуществляют путем понижения давления и повышения температуры в пространстве между гранулами, а затем цикл повторяют.

Недостатком данного способа является неэффективное извлечение целевого продукта из газовой смеси при ее пропускании через слой элементов мембраны, так как часть продукта уносится вместе с потоком.

Выделение целевого продукта осуществляют после проведения стадии осушения смеси.

Задача изобретения - повышение эффективности и качества разделения многокомпонентной парогазовой смеси с выделением целевого продукта - гелия при

одновременной осушке смеси.

Поставленная задача решается благодаря тому, что способ разделения многокомпонентной парогазовой смеси, включающий извлечение целевого продукта - гелия, осуществляется путем напуска смеси в адсорбционную емкость, заполненную селективно-проницаемым сорбционным слоем, состоящим из гранул с полыми замкнутыми сферическими частицами, сорбции целевого и сопутствующего продукта с последующей десорбцией разделенных продуктов. Согласно предложенному способу разделение многокомпонентной парогазовой смеси с ее одновременной осушкой производят в цикле, при этом парогазовую смесь, поступившую в адсорбционную емкость, выдерживают в течение времени, необходимого для достижения заданного перепада парциальных давлений целевого продукта вне и внутри полых сферических частиц в течение интервала времени $1 < t \leq 2$ часов, стенки которых выполнены из селективно-проницаемого материала по отношению к целевому продукту из алюмосиликатного или натрий-бромсиликатного стекла, одновременно происходит осушка и сорбция сопутствующего продукта гигроскопичным материалом гранул, выполненных из γ -оксида алюминия ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$), поглощающего пары жидкости, затем осуществляют десорбцию целевого и сопутствующего продуктов, после чего цикл повторяют.

Технический результат, достигаемый при использовании изобретения: повышение эффективности процесса разделения многокомпонентной парогазовой смеси и степени извлечения целевого продукта - гелия за счет высокой селективности полых сферических частиц, стенки которых выполнены из алюмосиликатного стекла или натрий-бромсиликатного стекла, и одновременное осушение целевого продукта за счет гигроскопичного материала гранул из γ -оксида алюминия ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$).

Предложенный способ разделения парогазовой смеси, по сравнению с известными, обеспечивает более полное и энергоэффективное разделение смеси с ее одновременной осушкой, что является положительным результатом.

На фиг.1 изображена адсорбционная емкость разделения многокомпонентной парогазовой смеси. На фиг.2 представлена схема экспериментальной установки (Пример 1); на фиг.3 и 4 - графики, отражающие изменение давления смеси в экспериментальной установке при процессе поглощения гелия полыми сферическими частицами и извлечения гелия из частиц (Пример 1). На фиг.5 изображена схема экспериментального стенда (Пример 2); на фиг.6 показан процесс поглощения гелия и осушка парогазовой смеси сорбционным слоем (Пример 2).

Способ разделения многокомпонентной парогазовой смеси осуществляется следующим образом. Сорбционный слой, селективно поглощающий полыми сферическими частицами один или несколько целевых продуктов и адсорбирующий гранулами пары жидкости, помещают в адсорбционную емкость. Многокомпонентную парогазовую смесь подают в емкость и выдерживают в течение времени, необходимого для достижения требуемого давления, которое определяется экспериментально и зависит от параметров полых сферических частиц (коэффициента проницаемости материала частиц, толщины стенки, размера внутренней полости), после чего перекрывают запорно-регулирующую арматуру. Для условий эксперимента, приведенного в Примере 1, это время может составить в течение интервала времени $1 < t \leq 2$ часов. При этом целевой продукт - гелий под действием перепада парциального давления проникает через стенки полых сферических частиц и накапливается внутри, а пары жидкости задерживаются и накапливаются в адсорбирующем материале гранул. После достижения заданного значения перепада

парциального давления гелия вне и внутри частиц выполняют процесс извлечения целевого и сопутствующего продуктов из гранул. При этом требуемое значение перепада парциального давления гелия вне и внутри частиц выбирается исходя из технологических требований таким образом, чтобы подобрать соответствующие
5 степень и темпы разделения смеси. Целевой продукт из полых замкнутых частиц извлекают созданием обратного перепада давления (когда давление внутри полых замкнутых частиц выше, чем давление в свободном объеме емкости) с возможным повышением температуры, а извлечение адсорбированной жидкости производят
10 повышением температуры сорбционного слоя.

После извлечения целевых и сопутствующих продуктов из гранул в адсорбционную емкость вновь подают парогазовую смесь и цикл повторяют.

Пример 1

Экспериментальная проверка разделения многокомпонентной парогазовой смеси на стадии поглощения и извлечения целевого продукта проводилась на специальном
15 стенде. Основу стенда составляет адсорбционная емкость, заполненная гранулами. Гранулы сорбционного слоя выполнены из γ -оксида алюминия ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) и заполнены полыми сферическими частицами - ценосферами НМ-R-5А, с диаметром 125-160 мкм и толщиной стенок ~5-8 мкм, выполненными из алюмосиликатного стекла. На фиг.2
20 представлена схема экспериментальной установки, которая состоит из адсорбционной емкости 1, системы регистрации давления ДД и вентилях В1-В4 запорно-регулирующей арматуры.

В качестве гелийсодержащей смеси использовалась воздушно-гелиевая смесь с
25 объемной концентрацией гелия ~2,25%. В емкость с гранулами подавалась парогазовая смесь до давления 0,95 МПа, затем запорная-регулирующая арматура перекрывалась, и в емкости протекал процесс сорбции гелия полыми частицами с одновременной осушкой, по окончании которого производился забор пробы смеси из
30 емкости для измерения концентрации. На фиг.3 представлен график изменения давления в емкости с течением времени, происходящего в результате проникновения гелия внутрь полых частиц сорбционного слоя в течение интервала времени $1 < t \leq 2$ часов. В ходе этого процесса разница парциальных давлений гелия вне и внутри частиц уменьшается, что приводит к существенному снижению темпов процесса
35 сорбции. Произведенный забор пробы обедненной смеси газа показал, что концентрация гелия в смеси составила 1,17%.

Далее из емкости удалялась обедненная смесь путем сброса давления до атмосферного с последующей откачкой смеси до давления 0,05 МПа с целью создания
40 обратного перепада парциальных давлений гелия вне и внутри частиц (см. фиг.4). Увеличение давления в емкости с течением времени свидетельствует о десорбции гелия из гранул. Итоговое значение концентрации гелия в емкости составило ~8,6%, что показывает обогащение исходной смеси по гелию приблизительно в 4 раза.

Следует отметить, что степень обогащения во многом определяется
45 технологическим процессом разделения многокомпонентной парогазовой смеси, так как при процессах сорбции и десорбции через стенки частиц проникает только целевой продукт. Здесь стоит вопрос об оптимальности технологического процесса, затрат и темпов обогащения.

Пример 2

Экспериментальная проверка осушки парогазовой смеси материалом гранул проводилась на стенде, схема которого представлена на фиг.5. Адсорбционная
50 емкость 2 была заполнена гранулами из γ -оксида алюминия ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) в качестве

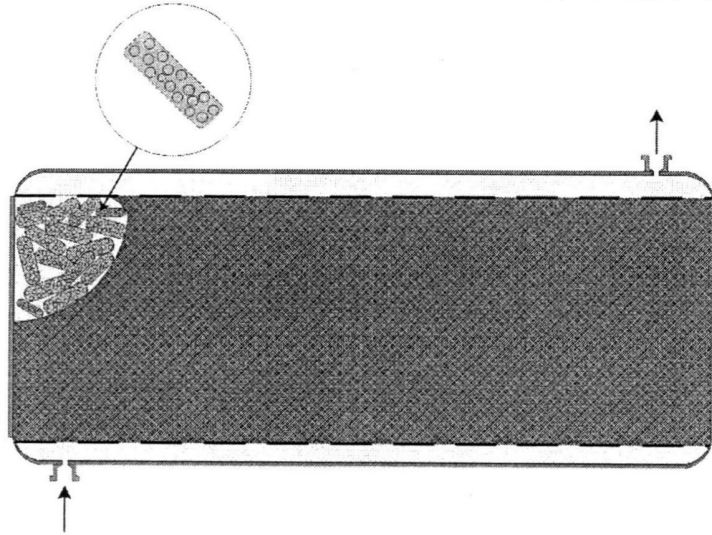
связующего материала и полыми микросферами марки МСВ-1Л в качестве гелийпоглощающего материала. Микросферы выполнены из натрий-боросиликатного стекла, средний размер частиц - 55 мкм, толщина стенки ~1 мкм. Сначала воздушно-гелиевая смесь с объемной концентрацией гелия ~25% пропусклась через увлажнитель. В результате содержание паров воды в смеси, измеренное в момент времени t_1 термогигрометром ИВА-6Б с преобразователем влажности и температуры ДВ2ТСМ-1Т-3П-В (ИВ 1), составило ~21,1 г/м³. Далее указанная смесь напускалась в емкость 2 до давления 0,79 МПа, после чего запорно-регулирующая арматура перекрывалась, и внутри емкости регистрировалось изменение давления (фиг.6). В течение 2 часов за счет сорбции гелия полыми частицами давление в емкости уменьшилось до значения 0,77 МПа. Далее обедненная смесь из адсорбционной емкости пропусклась через измеритель микровлажности ИВГ-1 МК-С-М с преобразователем влажности и температуры ИПВТ-08-01 (ИВ 2). Результаты измерения влажности в смеси показали, что содержание паров воды в смеси в момент времени t_2 составило 6,9 мг/м³. Таким образом, содержание паров воды в смеси после осушки уменьшилось более чем на три порядка.

Источники информации

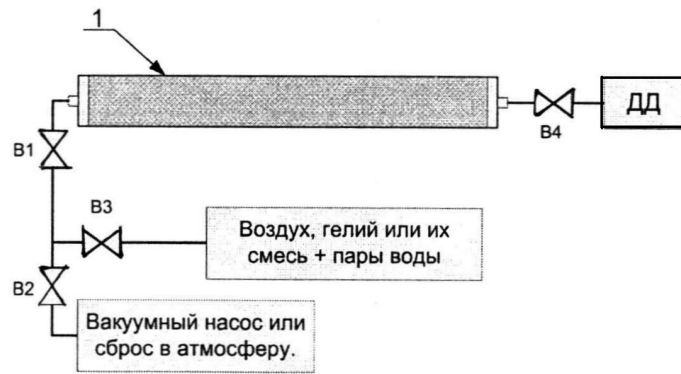
1. А.с. СССР №1159605, МКИ В01D 53/22, 1985 г.
2. Патент RU №2077373, МКИ В01D 61/00, 1997.
3. Патент RU №2291740, МПК В01D 69/12, 2006 г. - прототип.

Формула изобретения

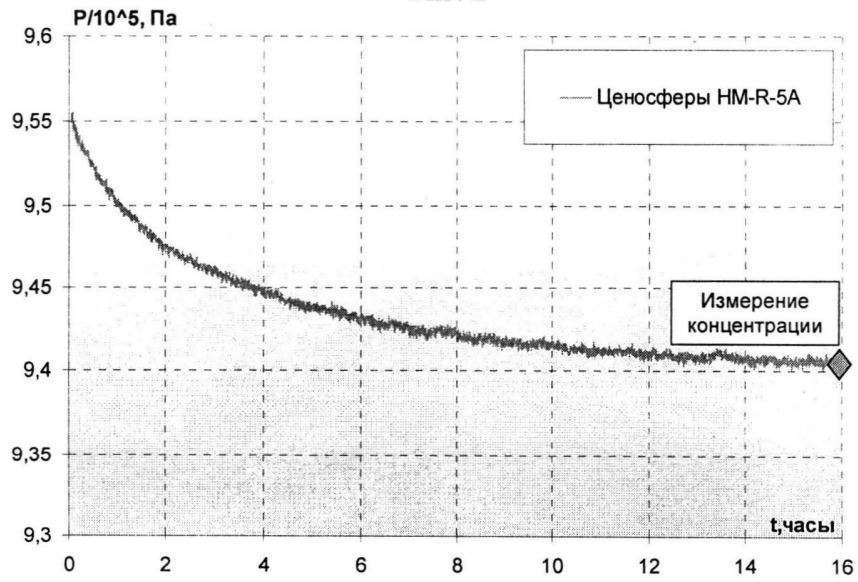
Способ разделения многокомпонентной парогазовой смеси, включающий извлечение целевого продукта - гелия путем пропускания смеси через адсорбционную емкость, заполненную селективно-проницаемым сорбционным слоем, состоящим из гранул с полыми замкнутыми сферическими частицами, сорбцию целевого и сопутствующего продукта с последующей десорбцией разделенных продуктов, отличающийся тем, что разделение многокомпонентной парогазовой смеси с одновременной осушкой производят в цикле, при этом парогазовую смесь, поступившую в адсорбционную емкость, выдерживают в течение времени, необходимого для достижения заданного перепада парциальных давлений целевого продукта вне и внутри полых сферических частиц, стенки которых выполнены из селективно-проницаемого материала по отношению к целевому продукту: из алюмосиликатного или натрий-боросиликатного стекла, одновременно при этом происходит осушка и сорбция сопутствующего продукта гигроскопичным материалом гранул, выполненных из γ -оксида алюминия ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$), поглощающим пары жидкости, затем осуществляют десорбцию целевого и сопутствующего продуктов, после чего цикл повторяют.



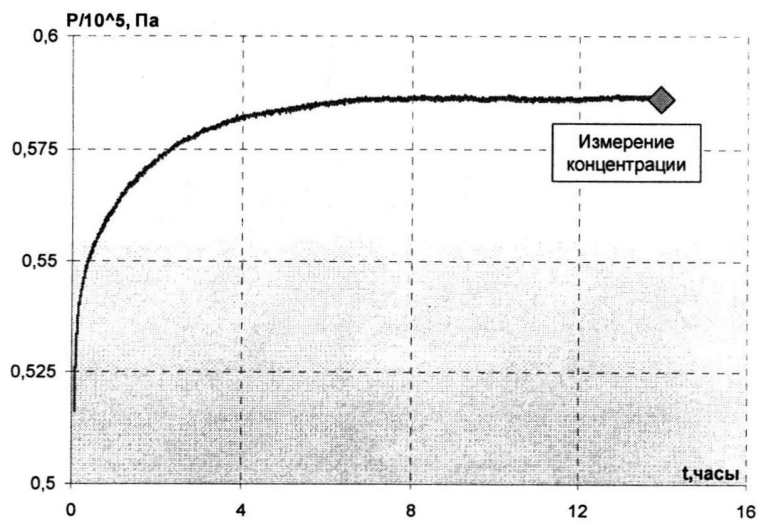
Фиг. 1



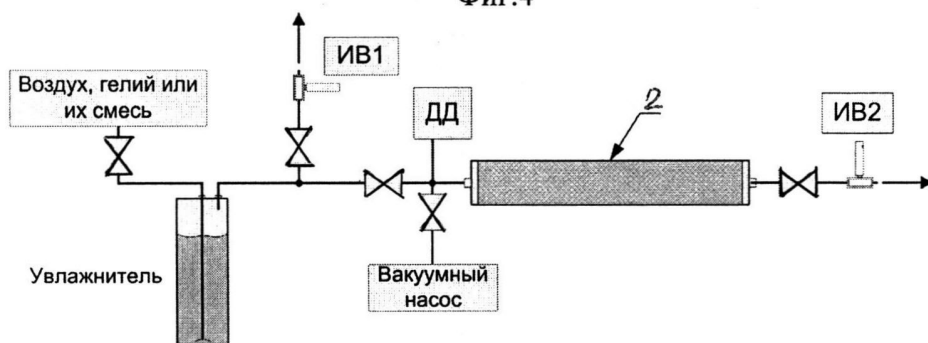
Фиг. 2



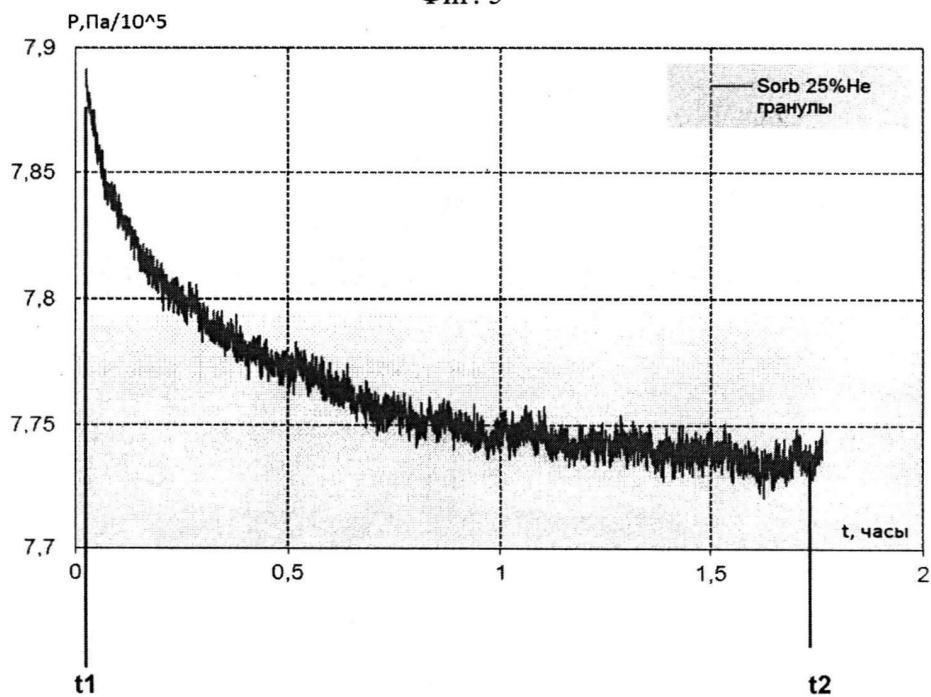
Фиг. 3



Фиг.4



Фиг. 5



Фиг.6