

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

*B01D 17/04* (2019.02); *C02F 1/681* (2019.02); *B01J 20/28* (2019.02); *B01J 20/28002* (2019.02); *B01J 20/28019* (2019.02); *B01J 20/3028* (2019.02); *B01J 20/28054* (2019.02); *B01J 20/28097* (2019.02)

(21) (22) Заявка: 2018139624, 11.11.2018

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
11.11.2018Дата регистрации:  
16.04.2019

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 11.11.2018

(45) Опубликовано: 16.04.2019 Бюл. № 11

Адрес для переписки:

396947, Воронежская обл., Семилукский р-н,  
ул. Центральная, 20, Кулигину А.В.

(72) Автор(ы):

Косяков Александр Викторович (RU),  
Лапенко Александр Александрович (RU),  
Кулигин Сергей Владимирович (RU),  
Белов Петр Васильевич (RU),  
Кирин Максим Петрович (RU),  
Демин Михаил Владимирович (RU),  
Ишков Александр Дмитриевич (RU),  
Сальников Евгений Павлович (RU),  
Ровой Вадим Витальевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

ООО "Воронежпеностекло" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: RU 176145 U1, 09.01.2018. RU 165652  
U1, 27.10.2016. RU 176482 U1, 22.01.2018. RU  
2361640 C2, 20.07.2009. US 4182690 A,  
08.01.1980. US 20120152115 A1, 21.06.2012.

(54) Гранула фильтрующего материала

(57) Реферат:

Изобретение относится к области очистки жидкостей фильтрацией, в частности, к очистке воды от нефти, нефтепродуктов, масел и др. органических веществ; к очистке нефти, нефтепродуктов и масел от воды и пр. Может быть использовано в нефтедобывающей, химической, нефтехимической, пищевой, целлюлозно-бумажной, фармацевтической, машиностроительной и других отраслях промышленности. Гранула фильтрующего материала имеет поверхность, часть которой

обладает лиофобными свойствами к дисперсной фазе, а остальная часть поверхности – лиофильными свойствами к дисперсной фазе. Леофильная часть поверхности гранулы образована участками, максимальный размер которых не превышает 20% от размера гранулы. Технический результат: повышение эффективности захвата дисперсной фазы, повышение эффективности регенерации гранулы с помощью промывки. 9 з.п. ф-лы.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(19) **RU** (11) **2 685 117**<sup>(13)</sup> **C1**

(51) Int. Cl.  
*B01D 39/06* (2006.01)  
*B01J 20/28* (2006.01)

(52) CPC

*B01D 17/04* (2019.02); *C02F 1/681* (2019.02); *B01J 20/28* (2019.02); *B01J 20/28002* (2019.02); *B01J 20/28019* (2019.02); *B01J 20/3028* (2019.02); *B01J 20/28054* (2019.02); *B01J 20/28097* (2019.02)

(21) (22) Application: 2018139624, 11.11.2018

(24) Effective date for property rights:  
11.11.2018

Registration date:  
16.04.2019

Priority:

(22) Date of filing: 11.11.2018

(45) Date of publication: 16.04.2019 Bull. № 11

Mail address:

396947, Voronezhskaya obl., Semilukskij r-n, ul.  
Tsentralnaya, 20, Kuliginu A.V.

(72) Inventor(s):

**Kosyakov Aleksandr Viktorovich (RU),  
Lapenko Aleksandr Aleksandrovich (RU),  
Kuligin Sergej Vladimirovich (RU),  
Belov Petr Vasilevich (RU),  
Kirin Maksim Petrovich (RU),  
Demin Mikhail Vladimirovich (RU),  
Ishkov Aleksandr Dmitrievich (RU),  
Salnikov Evgenij Pavlovich (RU),  
Rovovoj Vadim Vitalevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**OOO "Voronezhpenosteklo" (RU)**

(54) **GRANULE OF FILTERING MATERIAL**

(57) Abstract:

FIELD: technological processes.

SUBSTANCE: invention relates to cleaning liquids by filtration, in particular, to cleaning water from oil, oil products, oils and other organic substances; to oil, oil products and oil purification from water, etc. It can be used in oil producing, chemical, petrochemical, food, cellulose-paper, pharmaceutical, machine-building and other industries. Granule of filtering material has surface, part of which has lyophobic properties to

disperse phase, and rest part of surface – lyophilic properties to disperse phase. Lyophilic part of the surface of the granule is formed with sections the maximum size of which does not exceed 20 % of the granule size.

EFFECT: increased efficiency of disperse phase gripping, increased efficiency of granule regeneration by means of flushing.

10 cl

RU 2 6 8 5 1 1 7 C 1

RU 2 6 8 5 1 1 7 C 1

Предложенное изобретение относится к области очистки жидкостей фильтрацией, в частности, к очистке воды от нефти, нефтепродуктов, масел, и др. органических веществ; к очистке нефти, нефтепродуктов и масел от воды и пр. Может быть использовано в нефтедобывающей, химической, нефтехимической, пищевой, целлюлозно-бумажной, фармацевтической, машиностроительной и других отраслях промышленности, в частности, для очистки технологических и сточных вод целлюлозно-бумажных производств, для очистки сточных вод от нефти, нефтепродуктов, масел растительного происхождения и животных жиров.

Известна фильтрующая загрузка для очистки воды от нефти и нефтепродуктов (а.с. СССР № 1662625, МПК В01D 39/00, 1987 г.), выполненная из олеофильного пенопласта, имеющего сквозные и тупиковые поры, суммарная доля которых составляет 45-70% объема загрузки, а проходное сечение пор составляет 10-60 мкм. Недостатком известной загрузки является малый срок ее эксплуатации, поскольку регенерация загрязненной загрузки не предусмотрена.

Наиболее близким к предлагаемому техническому решению является гранула фильтрующего материала для разделения эмульсий, часть поверхности которой выполнена не смачиваемой для дисперсной фазы за счет ее пропитки дисперсионной средой (патент на изобретение РФ № 2661228, МПК В01D 39/06, 2017 г.). В известном решении приведен пример очистки воды от нефти: вода является дисперсионной средой, придающей части поверхности гранулы олеофобные свойства, а нефть – дисперсной фазой.

Недостатком известного решения являются невысокие эксплуатационные свойства гранулы (т.е. низкое качество гранулы), связанные:

а) с низкой эффективностью захвата и удержания дисперсной фазы (а, следовательно, и низкой эффективностью очистки жидкости) в виду отсутствия лиофильных свойств у части поверхности гранулы, предназначенной для захвата дисперсной фазы;

б) отсутствием возможности регулирования (управления) эффективностью захвата и удержания дисперсной фазы на поверхности гранулы, как в ходе фильтрации, так и в ходе регенерации гранулы с помощью промывки.

Технический результат предложенного решения заключается в повышении эксплуатационных свойств гранулы (т.е. ее качества) и, соответственно, эффективности ее использования в процессе очистки жидкости.

Указанный технический результат достигается тем, что часть поверхности гранулы фильтрующего материала для отделения дисперсной фазы от дисперсионной среды обладает лиофобными свойствами к дисперсной фазе, а остальная часть поверхности гранулы обладает лиофильными свойствами к дисперсной фазе, что повышает эффективность захвата дисперсной фазы и одновременно отмываемость гранулы при регенерации с помощью промывки. Максимальный эффект достигается, если часть поверхности гранулы, обладающая лиофобными свойствами к дисперсной фазе, обладает еще и гидрофильными свойствами, что улучшает покрытие данной части поверхности водой, усиливая ее олеофобные свойства. Если часть поверхности гранулы, обладающая лиофильными свойствами к дисперсной фазе, обладает еще и гидрофобными свойствами, то это предотвращает покрытие данной части поверхности водой, обладающей олеофобными свойствами.

Леофобность части поверхности гранулы может быть обеспечена за счет выполнения этой части поверхности пористой и заполнения (пропитки) перед фильтрацией или в процессе фильтрации пор дисперсионной средой.

Леофильная часть поверхности (активный центр адгезии на поверхности) гранулы

может быть выполнена не пористой (плотной, сплошной), что увеличивает эффективность захвата и удержания дисперсной фазы из фильтруемой жидкости.

Поверхность гранулы может быть выполнена с углублениями (впадинами), в которых имеются лиофильные участки. Капля дисперсной фазы эффективно удерживается в углублениях благодаря одновременному контакту с несколькими лиофильными участками (активными центрами адгезии). Кроме того, капли (частицы) дисперсной фазы, попавшие в углубление, удерживаются в них за счет гидродинамических сил (обратные присоединенные вихри).

На лиофильную часть поверхности гранулы может быть нанесено вязкое, пластичное или вязко-пластичное вещество, имеющее хорошую адгезию к поверхности гранулы и дисперсной фазе. Это может быть либо сама дисперсная фаза, либо ее компоненты, либо промоутер (усилитель) адгезии, увеличивающее эффективность захвата и удержания дисперсной фазы из фильтруемой жидкости.

Леофильность части поверхности гранулы может быть обеспечена за счет выполнения этой части поверхности пористой и заполнения (пропитки) перед фильтрацией или в процессе фильтрации пор дисперсной фазой, что увеличивает эффективность захвата и удержания дисперсной фазы из фильтруемой жидкости.

Поверхность гранулы может быть выполнена из однородного материала с локально модифицированными участками, например, с помощью точечного температурного воздействия (оплавления, например, с помощью лазера, низкотемпературной плазмы и пр.), химического воздействия или локального аппретирования. Эти локально модифицированные участки поверхности гранулы обладают лиофильными свойствами к дисперсной фазе, что повышает эксплуатационные свойства гранулы.

Поверхность гранулы может быть выполнена из смеси материалов, один из которых обладает лиофобными свойствами к дисперсной фазе, а другой – лиофильными свойствами к дисперсной фазе.

Леофильная часть поверхности гранулы образована участками, максимальный размер которых не превышает 20 % от размеров гранулы, и не превышает 10% от площади поверхности гранулы, что обеспечивает эффективную регенерацию гранулы с помощью промывки.

Изменение в процессе производства гранулы: а) соотношения частей ее поверхности, обладающих лиофобными и лиофильными свойствами; б) уровня лиофобности и лиофильности этих частей (подбором материалов или их обработкой), позволяет управлять эффективностью захвата и удержания дисперсной фазы на поверхности гранулы, как в ходе фильтрации, так и в ходе регенерации гранулы с помощью промывки.

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. 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 гранулы должен находиться в интервале от 0,1 мм 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.

Остаточное количество дисперсной фазы в предложенной грануле не зависит от количества регенераций (промывок), т.е. кумулятивный эффект накопления дисперсной фазы в грануле отсутствует.

10 Примеры конкретного выполнения.

Пример 1. Образец разбавленной битумной водной эмульсии (ГОСТ Р 52128-2003) объёмом 5 л с концентрацией битума в конечном растворе 250 мг/л пропускали через цилиндрическую сорбционную колонку (диаметр – 100 мм, высота фильтрующего слоя 1000 мм), наполненную керамическими гранулами (фракции 0,5-1,0 мм), выполненными из смеси на основе трепела с добавлением 5 % измельчённого мусковита. Трепел имеет высокоразвитую пористую структуру и обладает гидрофильными свойствами. Чешуйки (пластины) мусковита, относящегося к группе слюд, обладают гидрофобными и олеофильными (лиофильными) свойствами к битуму. Гранулы предварительно пропитали водой (или смачивание гранул водой производится в процессе фильтрации), которая, впитавшись в поры трепела, придала пропитанной части поверхности гранул олеофобные (лиофобные) свойства к битуму. Линейная скорость фильтрации эмульсии составляла 3, 5 и 10 м/ч. Концентрацию битума на выходе колонки определяли флуориметрически в гексановом экстракте фильтрата. Суммарная концентрация битума в объёме фильтрата составила 13, 56 и 150 мг/л, соответственно.

25 Пример 2. Образец разбавленной битумной водной эмульсии (ГОСТ Р 52128-2003) объёмом 5 л с концентрацией битума в конечном растворе 250 мг/л пропускали через цилиндрическую сорбционную колонку (диаметр – 100 мм, высота фильтрующего слоя 1000 мм), наполненную гранулами, выполненными из трепелсодержащей цементной смеси с добавлением 10 % дроблёных гидрофобизированных диметилдихлорсиланом стеклосфер. Трепел имеет высокоразвитую пористую структуру и обладает гидрофильными свойствами. Дробленые стеклосферы, обработанные спиртовым раствором диметилдихлорсилана, обладают гидрофобными и олеофильными (лиофильными) свойствами к битуму. Гранулы предварительно пропитали водой (или смачивание гранул водой производится в процессе фильтрации), которая, впитавшись в поры трепела, придала пропитанной части поверхности гранул олеофобные (лиофобные) свойства к битуму. Линейная скорость фильтрации эмульсии составляла 3, 5 и 10 м/ч. Суммарная концентрация битума в объёме фильтрата составила 0,3, 1,7 и 2,4 мг/л, соответственно.

40 Пример 3. Образец разбавленной битумной водной эмульсии (ГОСТ Р 52128-2003) объёмом 5 л с концентрацией битума в конечном растворе 250 мг/л пропускали через цилиндрическую сорбционную колонку (диаметр – 100 мм, высота фильтрующего слоя 1000 мм), наполненную стеклошарами фракции 0,5-1,0 мм. Поверхность стеклошаров аппретировалась высушиванием капель гидрофобизирующего аэрозоля, полученного в результате смешения 150 г 3-метакрилоксипропилтриметоксисилана с 30 л 2% раствора уксусной кислоты, а через семь минут с 500 граммами полметилсилоксана. Стекло обладает гидрофильными свойствами, а во взаимодействии с водой проявляет олеофобные (лиофобные) свойства к битуму. Высушенные капли аэрозоля обладают гидрофобными и олеофильными (лиофильными) свойствами к битуму. Гранулы могут

быть предварительно намочены водой, усиливающей олеофобные свойства стекла, или смачивание гранул водой производится в процессе фильтрации. Линейная скорость фильтрации эмульсии составляла 3, 5 и 10 м/ч. Суммарная концентрация битума в объёме фильтрата составила 33, 48 и 71 мг/л, соответственно.

5       Пример 4. Образец разбавленной битумной водной эмульсии (ГОСТ Р 52128-2003) объёмом 5 л с концентрацией битума в конечном растворе 250 мг/л пропускали через цилиндрическую сорбционную колонку (диаметр – 100 мм, высота фильтрующего слоя 1000 мм), наполненную гранулами, выполненными из трепелсодержащей цементной смеси с добавлением 5 % полимерных (полипропиленовых) микросфер. Трепел имеет  
10       высокоразвитую пористую структуру и обладает гидрофильными свойствами. Полипропиленовые микросферы обладают гидрофобными и олеофильными (лиофильными) свойствами к битуму. Гранулы предварительно пропитали водой (или смачивание гранул водой производится в процессе фильтрации), которая, впитавшись в поры трепела, придала пропитанной части поверхности гранул олеофобные  
15       (лиофобные) свойства к битуму. Линейная скорость фильтрации эмульсии составляла 3, 5 и 10 м/ч. Суммарная концентрация битума в объёме фильтрата составила 0,21, 1,0 и 2,2 мг/л, соответственно.

Пример 5. Образец разбавленной битумной водной эмульсии (ГОСТ Р 52128-2003) объёмом 5 л с концентрацией битума в конечном растворе 250 мг/л пропускали через  
20       цилиндрическую сорбционную колонку (диаметр – 100 мм, высота фильтрующего слоя 1000 мм), наполненную гранулами, выполненными из трепелсодержащей цементной смеси с добавлением 5 % полимерных (полипропиленовых) микросфер. Трепел имеет высокоразвитую пористую структуру. Полипропиленовые микросферы обладают олеофильными (лиофильными) свойствами к битуму. Предварительно через  
25       фильтрующий слой пропущен 1 л разбавленной битумной эмульсии для заполнения битумом поверхности лиофильных участков гранул, т.е. выступающих частей полипропиленовых микросфер. Линейная скорость фильтрации эмульсии составляла 3, 5 и 10 м/ч. Суммарная концентрация битума в объёме фильтрата составила 0,15, 0,95 и 1,8 мг/л, соответственно.

30       Пример 6. Образец разбавленной битумной водной эмульсии (ГОСТ Р 52128-2003) объёмом 5 л с концентрацией битума в конечном растворе 250 мг/л пропускали через цилиндрическую сорбционную колонку (диаметр – 100 мм, высота фильтрующего слоя 1000 мм), наполненную обожженными гранулами на основе диатомита. Гранулы получены накаткой и спечены при скорости нагрева от 20°C до 1400°C 100°C/мин во  
35       вращающейся туннельной корундовой печи. Поверхность гранул содержит непористые участки остеклованной фазы по площади, не превышающей 10%. Поверхность гранулы выполнена с углублениями, образованными в результате накатки. В углублениях имеются лиофильные участки. Диатомит имеет высокоразвитую пористую структуру и обладает гидрофильными свойствами. Остеклованные участки на поверхности гранулы  
40       обладают меньшей гидрофильностью и большей олеофильностью (лиофильностью) к битуму по сравнению с неостеклованными участками. Гранулы предварительно пропитали водой (или смачивание гранул водой производится в процессе фильтрации), которая, впитавшись в поры диатомита, придала пропитанной части поверхности гранул олеофобные (лиофобные) свойства к битуму. Линейная скорость фильтрации  
45       эмульсии составляла 3, 5 и 10 м/ч. Суммарная концентрация битума в объёме фильтрата составила 37, 81 и 179 мг/л, соответственно.

Пример 7. Образец сырой нефти плотностью 880 кг/м<sup>3</sup> объёмом 10 л с содержанием эмульгированной воды 12 масс % пропускаться через фильтровальную установку

(диаметр – 100 мм, высота фильтрующего слоя 1000 мм), наполненную гидрофобизированными керамическими гранулами (фракции 0,5-1,0 мм), выполненными из трепелсодержащей цементной смеси с добавлением 8 % гидрофобизированного измельчённого трепела фракции 50-100 мкм. Трепел имеет высокоразвитую пористую структуру и обладает гидрофильными свойствами. Лиофобная к воде и олеофильная фракция трепела была получена следующим образом: обожжённый при 550°С размолотый трепел пропитывался двухпроцентным раствором 3-метакрилоксипропилтриметоксисиланом в смеси изопропанола и воды (95:5) с добавкой 1М раствора уксусной кислоты до pH = 4. Затем трепел высушивался при комнатной температуре в течение 24 часов. Перед фильтрацией гранулы предварительно пропитывались непосредственно в фильтровальной установке чистой нефтью с содержанием воды менее 1%. Линейная скорость фильтрации эмульсии составляла 5 м/ч. Суммарная концентрация водной фазы в полученном объёме фильтрата составила 2,2 масс %.

Пример 8. Образец разбавленной битумной водной эмульсии (ГОСТ Р 52128-2003) объёмом 5 л с концентрацией битума в конечном растворе 250 мг/л пропускали через цилиндрическую сорбционную колонку (диаметр – 100 мм, высота фильтрующего слоя 1000 мм), наполненную гранулами, выполненными из трепелсодержащей цементной смеси с добавлением 5, 10 и 20 объёмных % полипропиленовых микросфер. Объёмные % содержания полипропиленовых микросфер в гранулах соответствуют составляемой ими части общей площади поверхности гранулы. Трепел имеет высокоразвитую пористую структуру и обладает гидрофильными свойствами. Полипропиленовые микросферы обладают олеофильными (лиофильными) свойствами к битуму. Предварительно через фильтрующий слой пропущен 1 л разбавленной битумной эмульсии для заполнения битумом поверхности лиофильных участков гранул. Линейная скорость фильтрации эмульсии составляла 5 м/ч. После пропускания всего объёма эмульсии осуществлялась обратная промывка дистиллированной водой фильтрующего материала (снизу-вверх) со скоростью 40 м/ч в течение 15 минут. В дальнейшем для оценки величины остаточного загрязнения гранул нефтепродуктами (чем больше остаточное загрязнение, тем меньше грязеёмкость фильтрующего материала) фильтровальный материал высушивался до воздушно-сухого состояния и проводилась отмывка навески (50 г) гексаном (0,5 л) порциями по 100 мл. В объединённом гексановом смыве флуориметрически определялась концентрация нефтепродуктов и рассчитывалось остаточное загрязнение фильтрующего материала нефтепродуктами. Для гранул с содержанием 5, 10 и 20 объёмных % полипропиленовых микросфер остаточное загрязнение битумом составило 1,2 г, 2,7 г и 12,1 г на килограмм гранулированного материала.

Пример 9. Образец сырой нефти плотностью 880 кг/м<sup>3</sup> объёмом 10 л с содержанием эмульгированной воды 12 масс % пропускался через фильтровальную установку (диаметр – 100 мм, высота фильтрующего слоя 1000 мм), наполненную полимерными сферическими гранулами с включениями 5, 10 и 20 % магнетита (гидрофильного материала) на поверхности. Гранулы получали посредством вплавления частиц магнетита (фракция 50 – 100 мкм) в полипропиленовые гранулы фракции 0,5 – 1,0 мм в СВЧ поле (удельная мощность излучения – 10 кВт/кг магнетита, частота 10 ГГц). В результате вплавления частиц магнетита на поверхности гранул (в этих местах) образованы углубления, обладающие лиофильными свойствами. Полипропилен обладает олеофильными (лиофильными) свойствами к нефти. Линейная скорость фильтрации эмульсии составляла 5 м/ч. Суммарная концентрация водной фазы в полученном объёме

фильтрата при фильтрации через гранулы с включениями 5, 10 и 20 % магнетита составила 7,0, 4,4 и 2,8 масс %. После промывки фильтрующего материала для удаления воды при линейной скорости 40 м/ч остаточное содержание воды в фильтре составило 0,22, 0,35 и 1,2 масс %, соответственно.

5 Пример 10. Образец водной суспензии/эмульсии, содержащий в качестве основных компонентов волокна целлюлозы (1 масс %), лигнин (0,5 масс %), нефтепродукты (0,1 масс %) и сосновую живицу, предварительно растворённую в скипидаре (0,1 масс % десятипроцентного раствора) пропускали через цилиндрическую сорбционную колонку (диаметр – 100 мм, высота фильтрующего слоя 1000 мм), наполненную обожженными  
10 микропористыми гранулами фракции 0,3 – 0,7 мм на основе опоки. Гидрофильная часть гранулы представлена в основном микропористым кремнезёмом (86%), олеофильная часть – гидрослюдами (3%). Методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием определялся качественный и количественный состав эфирэкстрагируемой части суспензии/эмульсии, как до фильтрации, так и после.  
15 Экстракция нефтепродуктов и смолистых веществ (смоляных кислот, терпенов, терпеноидов и т.п.) проводилась путём высаливания из раствора искомым компонентом хлоридом калия с одновременной экстракцией диэтиловым эфиром. Для определения содержания смоляных кислот проводилось их метилирование в отдельно взятой части экстракта. В результате проведённой фильтрации были получены следующие результаты:  
20 концентрация нефтепродуктов (насыщенные углеводороды C<sub>10</sub> – C<sub>17</sub>, ароматические углеводороды C<sub>7</sub> – C<sub>12</sub>), уменьшилась в 12,5 раз с 0,1 до 0,0081 масс. %, концентрация смолистых веществ суммарно уменьшилась в 18,2 раз до 5,5 мг/л.

Пример 11. Образец водной эмульсии сырой нефти плотностью 880 кг/м<sup>3</sup> объёмом  
25 15 л с концентрацией нефти 500 мг/л и с содержанием растворённого полиоксихлорида алюминия в количестве 100 мг/л и анионного полиакриламида с концентрацией 0,2 мг/л пропускали через цилиндрическую сорбционную колонку (диаметр – 100 мм, высота фильтрующего слоя 1000 мм), наполненную керамическими гранулами (фракции 0,5-1,0 мм), выполненными из смеси на основе трепела. Гидрофильная и олеофобная часть  
30 гранулы представлена в основном микропористым кремнезёмом (53%) и смектитом (16%), олеофильная и гидрофобная часть – гидрослюдами (10% – иллит). Гранулы предварительно пропитали водой (или смачивание гранул водой производится в процессе фильтрации), которая, впитавшись в поры трепела, придавала пропитанной части поверхности гранул олеофобные свойства. В процессе фильтрации непосредственно  
35 перед фильтровальной колонкой в автоматическом режиме дозировался 1% р-р гидроксида натрия до установления рН = 9. Линейная скорость фильтрации составляла 10 м/ч. Концентрацию нефтепродуктов на выходе колонки определяли флуориметрически в гексановом экстракте фильтрата. Концентрацию алюминия определяли в фильтрате методом атомно-адсорбционной спектроскопии. Суммарная  
40 концентрация нефти в объёме фильтрата составила 8 мг/л, а алюминия – 0,96 мг/л.

Пример 12. Образец водной эмульсии нерафинированного подсолнечного масла холодного отжима объёмом 15 л с концентрацией масла 500 мг/л и с содержанием растворённого полиоксихлорида алюминия в количестве 100 мг/л и анионного полиакриламида с концентрацией 0,2 мг/л пропускали через цилиндрическую  
45 сорбционную колонку (диаметр – 100 мм, высота фильтрующего слоя 1000 мм), наполненную керамическими гранулами (фракции 0,5-1,0 мм), выполненными из смеси на основе трепела. Гидрофильная и олеофобная часть гранулы представлена в основном микропористым кремнезёмом (53%) и смектитом (16%), олеофильная и гидрофобная



часть – гидрослюдами (10% – иллит). Гранулы предварительно пропитали водой (или смачивание гранул водой производится в процессе фильтрации), которая, впитавшись в поры трепела, придала пропитанной части поверхности гранул олеофобные свойства. В процессе фильтрации непосредственно перед фильтровальной колонкой в автоматическом режиме дозировался 1% р-р гидроксида натрия до установления рН = 9. Линейная скорость фильтрации составляла 10 м/ч. Концентрацию масла на выходе колонки определяли гравиметрически в гексановом экстракте фильтрата. Концентрацию алюминия определяли в фильтрате методом атомно-адсорбционной спектроскопии. Суммарная концентрация масла в объёме фильтрата составила 43 мг/л, а алюминия – 1,4 мг/л.

Пример 13. Образец суспензии резиновой крошки фракции 1 – 100 мкм объёмом 15 л с концентрацией полимера 500 мг/л пропускали через цилиндрическую сорбционную колонку (диаметр – 100 мм, высота фильтрующего слоя 1000 мм), наполненную керамическими гранулами (фракции 0,5-1,0 мм), выполненными из смеси на основе трепела. Гидрофильная и олеофобная часть гранулы представлена в основном микропористым кремнезёмом (53%) и смектитом (16%), олеофильная и гидрофобная часть – гидрослюдами (10% – иллит). Гранулы предварительно пропитали водой (или смачивание гранул водой производится в процессе фильтрации). Линейная скорость фильтрации составляла 10 м/ч. Концентрацию измельчённой резины на выходе колонки определяли гравиметрически. Образец фильтровали через фильтр «синяя лента», высушивали при 80°C а затем взвешивали. Суммарное содержание полимера в объёме фильтрата составило 22 мг/л.

Пример 14. Образец стабилизированной водной эмульсии промышленного масла ИС-2 объёмом 10 л с содержанием органической фазы 0,1% (1 г/л) пропускался через фильтровальную установку (диаметр – 100 мм, высота фильтрующего слоя 1000 мм), наполненную композитными гранулами фракции 0,7 – 1,7 мм, выполненными из трепелсодержащей цементной смеси с добавлением 30 % гидрофобизированного измельчённого трепела фракций 0,05-0,15 мм, 0,15-0,3 мм и 0,3-0,5 мм, т.е. 10, 20 30 % от среднего размера гранулы. Трепел имеет высокоразвитую пористую структуру и обладает гидрофильными свойствами. Лиофобная к воде и олеофильная фракция трепела была получена обработкой гидрофобизатором ГКЖ-94М и затем выдержана при температуре 300°C в течение получаса. Перед фильтрацией гранулы предварительно пропитывались непосредственно в фильтровальной установке водой. Линейная скорость фильтрации эмульсии составляла 5 м/ч. Концентрацию нефтепродуктов на выходе колонки определяли флуориметрически в гексановом экстракте фильтрата. Суммарная концентрация нефтепродуктов в объёме фильтрата составила 88, 101 и 130 мг/л, для фракций 0,05-0,15 мм, 0,15-0,3 мм и 0,3-0,5 мм соответственно. Для фильтровального материала с добавлением гидрофобизированного трепела фракции 0,3-0,5 мм при обратной промывке с линейной скоростью 40 м/ч наблюдалось отсутствие значимой очистки материала от сорбированного масла. Размер частиц гидрофобизированного трепела фракции 0,3-0,5 мм в среднем составляют зёрна от 20% и выше размера используемых водоочистных гранул. Все фракции гидрофобизированного трепела дают схожие результаты по очистке воды от масляной эмульсии, однако образцы с применением самой крупной фракции показывают значительное снижение грязеёмкости материала за счёт уменьшения степени отмывки гранул от сорбированного масла.

Пример 15. Образец стабилизированной водной эмульсии сырой нефти плотностью 880 кг/м<sup>3</sup> объёмом 10 л с концентрацией нефти 500 мг/л пропускался через фильтровальную установку (диаметр – 100 мм, высота фильтрующего слоя 1000 мм),

наполненную композитными гранулами фракции 0,7 – 1,7 мм, выполненными из цеолитовых (шабазит) керамических гранул с добавлением 30 % карбида кремния фракций 0,05-0,15 мм, 0,15-0,3 мм и 0,3-0,5 мм (10, 20 30 % от среднего размера гранулы.). Трепел имеет высокоразвитую пористую структуру и обладает гидрофильными свойствами. Карбид кремния за счёт малой полярности связи обладает значительно более выраженными лиофильными свойствами. Перед фильтрацией гранулы предварительно пропитывались непосредственно в фильтровальной установке водой. Линейная скорость фильтрации эмульсии составляла 5 м/ч. Концентрацию нефтепродуктов на выходе колонки определяли флуориметрически в гексановом экстракте фильтрата. Суммарная концентрация нефтепродуктов в объёме фильтрата составила 47, 58 и 55 мг/л, для фракций 0,05-0,15 мм, 0,15-0,3 мм и 0,3-0,5 мм соответственно. Для фильтровального материала с добавлением карбида кремния фракции 0,3-0,5 мм после 3-х минут процесса фильтрации наблюдалось трёхкратное увеличение давления на входе фильтра. Также при обратной промывке с линейной скоростью 40 м/ч остаточное содержание нефти в слое фильтровального материала составило 34% от общего количества удержанной фильтром нефти. Собранные данные позволяют сделать заключение, что использование гранул, лиофильная часть поверхности которых образована участками, максимальный размер которых более 20 % от минимального размера гранулы, нецелесообразно из-за снижения фильтроёмкости материала и механической нагрузки на систему фильтрования из-за быстрого повышения давления в системе.

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

#### (57) Формула изобретения

1. Гранула фильтрующего материала для отделения дисперсной фазы от дисперсионной среды, часть поверхности которой обладает лиофобными свойствами к дисперсной фазе, отличающаяся тем, что остальная часть поверхности гранулы обладает лиофильными свойствами к дисперсной фазе, при этом лиофильная часть поверхности гранулы образована участками, максимальный размер которых не превышает 20% от размера гранулы.

2. Гранула по п. 1, отличающаяся тем, что лиофобная часть поверхности гранулы выполнена пористой и пропитана дисперсионной средой.

3. Гранула по п. 1, отличающаяся тем, что лиофильная часть поверхности гранулы выполнена не пористой.

4. Гранула по п. 1, отличающаяся тем, что поверхность гранулы выполнена с углублениями, в которых имеются лиофильные участки.

5. Гранула по п. 1, отличающаяся тем, что на лиофильную часть поверхности гранулы нанесено вещество, имеющее хорошую адгезию к поверхности гранулы и дисперсной фазе.

6. Гранула по п. 1, отличающаяся тем, что лиофильная часть поверхности гранулы выполнена пористой и пропитана дисперсной фазой.

7. Гранула по п. 1, отличающаяся тем, что поверхность гранулы выполнена из однородного материала с локально модифицированными участками.

8. Гранула по п. 7, отличающаяся тем, что модификация участков поверхности

гранулы выполнена с помощью точечного температурного или химического воздействия или произведена с помощью локального аппретирования.

9. Гранула по п. 1, отличающаяся тем, что поверхность гранулы выполнена из смеси материалов, один из которых обладает лиофобными свойствами к дисперсной фазе, а другой - лиофильными свойствами к дисперсной фазе.

10. Гранула по п. 1, отличающаяся тем, что лиофильная часть поверхности гранулы не превышает 10% от площади поверхности гранулы.

10

15

20

25

30

35

40

45