

На правах рукописи

САФАРОВ ДИНАР ОПТЕЛОХАТОВИЧ

**РАСШИРЕНИЕ РЕСУРСОВ СЫРЬЯ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА
НИЗКОЗАСТЫВАЮЩИХ МАСЕЛ**

Специальность 05.17.07 – «Химия и технология
топлив и специальных продуктов»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Уфа – 2003

Работа выполнена на кафедре технологии нефти и газа

Уфимского государственного нефтяного технического университета.

Научный руководитель доктор технических наук,
 профессор Ольков Павел Леонтьевич.

Официальные оппоненты: доктор технических наук,
 профессор Хафизов Фаниль Шамильевич;

 кандидат технических наук,
 доцент Горелов Юрий Сергеевич.

Ведущая организация Государственное унитарное предприятие
 «Институт нефтехимпереработки».

Защита состоится «30» мая 2003 года в 15-30 на заседании диссертационного совета Д 212.289.03 при Уфимском государственном нефтяном техническом университете по адресу:
450062, Республика Башкортостан, г. Уфа, ул. Космонавтов, 1.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Уфимского государственного нефтяного технического университета.

Автореферат разослан «30» апреля 2003 года.

Ученый секретарь
диссертационного совета

Абдульминев К.Г.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Общим требованием ко всем маслам для современной техники является необходимость сохранения их подвижности при температурах применения. Температура застывания и вязкость при отрицательных температурах являются обязательными показателями качества в спецификациях на большинство товарных масел.

Улучшение низкотемпературных и других свойств масел позволяет добиться введение в состав их формул синтетических компонентов и продуктов гидрокаталитических процессов. Однако доля масел, получаемых переработкой доступного и дешевого нефтяного сырья с использованием традиционной технологии, остается на сегодня преобладающей.

Промышленное производство базовых низкозастывающих масел осуществляется переработкой маловязких дистиллятов парафинистых нефтей с применением процессов селективной очистки и глубокой депарафинизации. Их внедрению и совершенствованию посвящены работы ученых Биккулова А.З., Еникеевой Л.С., Грязнова Б.В. и др.

В настоящее время актуальными являются вопросы производства базовых низкозастывающих масел более высокого уровня вязкости, и рационального применения используемого нефтяного сырья.

Исследование и адаптация традиционных процессов производства низкозастывающих масел применительно к новым источникам сырья представляет практический интерес для отечественных нефтеперерабатывающих заводов.

Цель работы:

- разработка технологии комплексной переработки масляных рафинатов, позволяющей получать низкозастывающие дистиллятные масла различных уровней вязкости и рационально использовать содержащиеся в них твердые углеводороды;

- расширение ресурсов сырья для получения низкозастывающих базовых минеральных масел путем вовлечения в переработку вакуумных дистиллятов малопарафинистой ярегской нефти.

Научная новизна:

- установлена качественная зависимость температурного градиента депарафинизации (ТГД) от природы депарафинируемого сырья и глубины его депарафинизации;

- установлен углеводородный состав мягких парафинов, полученных из дистиллятных рафинатов, что позволяет определить области наиболее рационального их использования.

Практическая ценность работы:

- на масляном производстве зоны №2 ОАО «Башнефтехим» (ОАО «Ново-Уфимский НПЗ») в ходе опытно-промышленных пробегов опробованы предложенные технологии комплексной переработки маловязкого рафината и получения трансформаторного масла из дистиллята ярегской нефти;

- на продукты, полученные на установках глубокой депарафинизации 39/4 и обезмасливания 40/2 по комплексной схеме, разработаны и утверждены технические условия и технология производства на «Масло технологическое И-8Ам» ТУ 0253-010-33818158-2000 на опытные партии, и «Масло технологическое» ТУ 0253-010-33818158-2001 на промышленные партии.

Апробация работы. Материалы диссертации докладывались и обсуждались на следующих научных конференциях: 5-й Международной конференции «Методы кибернетики химико-технологических процессов (КХТП-5-99)» (г. Уфа, 1999); Международной научно-технической конференции «Перспективы разработки и реализации программ перехода к устойчивому развитию для промышленных регионов России» (г. Уфа, 1999); II Международном симпозиуме «Наука и технология углеводородных

дисперсных систем - 2000» (г. Уфа, 2000); III Конгрессе нефтегазопромышленников России (г. Уфа, 2001).

Публикации. По результатам исследований опубликовано 5 статей, тезисы 4 докладов, получен 1 патент РФ.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих выводов, списка литературы и приложений. Работа изложена на 134 страницах машинописного текста, содержит 9 рисунков, 50 таблиц, библиографический список из 201 наименования и 18 страниц приложений.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

В первой главе приведен обзор литературы, в котором представлен анализ методов получения базовых минеральных низкозастывающих масел. Описаны низкотемпературные свойства масел. В числе прочих известных методов, более подробно освещены наиболее широко распространенные в промышленности процессы депарафинизации кристаллизацией в растворе избирательных растворителей. Приведены основные факторы, влияющие на эффективность процессов депарафинизации. Изложены различные способы интенсификации применяющихся процессов. Рассмотрены проблемы глубокой депарафинизации, применяющейся для получения низкозастывающих масел из парафинистых нефтей, её отличительные особенности и место в схеме масляного производства. Поставлены цели и задачи диссертации.

Во второй главе описаны объекты и методы исследования. Представлены качество исходных продуктов (табл.1), методики проведения лабораторных экспериментов, методы оценки качества сырья и полученных продуктов.

Показатели качества исходных продуктов

Показатели	Рафинаты селективной очистки масляных фракций западно-сибирской нефти			Вакуумные дистилляты ярегской нефти	
	мало- вязкий	средне- вязкий	вязкий	мало- вязкий	газойль марки “А”
Плотность при 20°C, кг/м ³	840	865	875	895	914
Вязкость кинематическая, мм ² /с					
при 40 °С	-	24,3	-	8,67	34,3
при 50 °С	7,3	16,8	33,0	6,39	21,3
при 100 °С	2,75	4,81	7,33	2,88	4,91
Температура вспышки в открытом (*закрытом) тигле, °С	156 *	192	222	139	175 *
Температура плавления (**застывания), °С	19	33	40	-50**	-29**
Показатель преломления n_D^{50}	1,4545	1,4688	1,4758	1,4822	1,5020
Содержание серы, %	0,26	0,35	0,42	0,96	1,02
Фракционный состав, %					
н.к.	296	312	344	302	310
5	318	352	376	-	-
10	322	374	404	303	350
50	372	426	458	319	384
90	430	488	493	349	422
95	434	492	506	359	435
к.к.	454	494	507	370	436

В третьей главе приведены исследовательские материалы и результаты опытно-промышленных пробегов по комплексной переработке маловязких масляных рафинатов.

В настоящее время низкозастывающие базовые масла на ОАО «Ново-Уфимский НПЗ» получают глубокой депарафинизацией маловязких рафинатов.

Низкий выход низкозастывающих масел (40% для основы авиационного масла МС-8) и высокие затраты на установке глубокой депарафинизации являются причиной высокой себестоимости таких масел.

Ввиду высокого содержания масла (до 50%) побочный продукт процесса – гач - не находит квалифицированного применения и используется как компонент котельного топлива либо добавляется в сырье установок каталитического крекинга.

Исследование масел и твердых углеводородов, содержащихся в гаче, показало его ценность как сырья для получения новых высококачественных продуктов.

Проведена депарафинизация проб маловязкого рафината и гачей, отобранных с трех ступеней фильтрации, с целью получения базовых масел с температурами застывания минус 15 и минус 30°C. Данные, приведенные в табл. 2, указывают на зависимость температурного градиента депарафинизации (ТГД) от природы депарафинируемого сырья и глубины депарафинизации.

Таблица 2

Результаты депарафинизации маловязкого рафината и гачей

Показатели	Сырье			
	Рафинат	Гач		
		I ступени	II ступени	III ступени
1. Температура плавления, °С	21	26	28	33
2. Содержание масла, %	92	58	54,1	50,9
3. Температура фильтрации, °С	-23 / -37	-28 / -47	-32 / -52	-37 / -58
4. Температура застывания депмасла, °С	-15 / -30	-15 / -30	-15 / -30	-15 / -30
5. Температурный градиент депарафинизации, °С	7 / 7	13 / 17	17 / 22	23 / 28

В ходе лабораторных исследований, а затем и опытно-промышленного пробег на установке глубокой депарафинизации 39/4 ОАО «Ново-Уфимский НПЗ» показана возможность получения двух базовых масел с различными температурами застывания одновременно.

Наиболее эффективным оказалось получение второго депмасла с температурой застывания не выше минус 30°C регенерацией фильтратов

второй и третьей ступеней на дополнительном блоке колонн, с выходом до 19-22% на рафинат.

Таблица 3

Показатели качества базовых масел с опытно-промышленного пробега установки глубокой депарафинизации

Показатели	Базовое масло	
	из гача	МС-8
Плотность при 20°C, кг/м ³	841	857
Вязкость кинематическая, мм ² /с		
при 40 °С	9,87	-
при 50 °С	-	8,21
Температура вспышки в открытом тигле, °С	158	152
Температура застывания, °С	-31	-55
Содержание серы, %	0,19	0,32

Предложенное решение позволяет снизить содержание масла в гаче до 36% и тем самым улучшить показатели последующего процесса обезмасливания.

Как показали результаты исследования гача, в числе твердых углеводородов, преобладают низкоплавкие, с температурой плавления +45°C и ниже – так называемые «мягкие» парафины, преимущественно нормального строения.

На основании полученных результатов было принято решение о отдельной переработке гача III ступени фильтрования. В лабораторных условиях проведено трехступенчатое низкотемпературное обезмасливание гача с температурой плавления 29°C и содержанием масла 40%. Найдены режимы получения из него депарафинированного масла (режим 1) и мягкого парафина (режим 2).

Полученные данные показывают, что благодаря процессу перекристаллизации из гача III ступени фильтрования можно получить депарафинированное масло с температурой застывания минус 15°C и выходом 16,2 % на рафинат, а также мягкий парафин с содержанием масла не более 2,5%.

Условия и результаты низкотемпературного обезмасливания гача
глубокой депарафинизации маловязкого рафината

Показатели	Низкотемпературное обезмасливание гача		
	при лабораторном режиме		при опытно-промышленном пробеге
	1	2	
1. Температура по ступеням фильтрации, °С	-32...-30	-25...-20	-20
2. Соотношение растворитель:сырье на разбавление перед 1 ступенью фильтрации	1:6	1:5	1:7
3. Выход масла, %			
на гач	28	44	56
на рафинат	16,8	26,4	33,6
4. Температура застывания масла, °С	-15	-10	-2

На основании полученных результатов обезмасливания гача в лабораторных условиях проведен опытно-промышленный пробег на установке обезмасливания 40/2 ОАО «Ново-Уфимский НПЗ». Обезмасливание проводилось в четыре ступени фильтрации по гачу.

Химический состав и выход мягких парафинов, полученных в лабораторных условиях и при опытно-промышленном пробеге, приведен в табл. 5.

Проведенные исследования и результаты опытно-промышленных пробегов позволяют предложить комплексную переработку маловязкого масляного рафината по схеме, приведенной на рис. 1.

Применение полученного второго низкозастывающего депмасла, рекомендуется в составе смазочно-охлаждающих технологических средств типа ОСМ-3, СП-3, основы гидравлических масел, и масел для замасливания химических волокон. По результатам опытно-промышленного пробега составлена и утверждена технология производства на опытную партию под маркой «Масло индустриальное И-8А», вырабатываемое по ГОСТ 20799.

Химический состав и выход мягких парафинов

Показатели	Мягкий парафин,		
	полученный в лабораторных условиях при режиме		полученный в промышленных условиях
	1	2	
Выход, %			
на гач	72	56	44
на рафинат	43,2	33,6	26,4
Температура плавления, °С	40	43	43
Содержание, %			
масла	2,5	2,0	1,9
<i>n</i> -алканов			
C ₁₇	1,5	0,8	0,96
C ₁₈	3,84	2,0	1,9
C ₁₉	6,55	2,5	3,2
C ₂₀	9,51	6,5	6,8
C ₂₁	11,02	10,25	8,4
C ₂₂	11,24	11,98	10,6
C ₂₃	8,48	10,33	9,77
C ₂₄	6,24	8,85	9,6
C ₂₅	3,31	5,64	5,9
C ₂₆	2,04	4,21	4,4
C ₂₇	1,5	2,02	1,68
C ₂₈	0,6	1,15	0,87
C ₂₉	0,28	0,62	0,54
C ₃₀	0,18	0,34	0,32

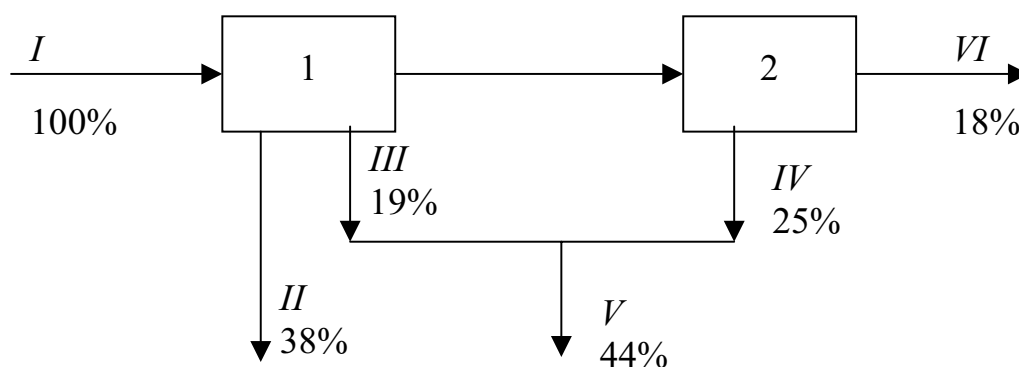


Рис. 1. Поточная схема комплексной переработки маловязкого рафината: 1- глубокая депарафинизация рафината с получением двух базовых масел; 2- низкотемпературное обезмасливание гача; I – рафинат; II, III, IV и V – соответственно базовые масла с температурой застывания -55°С (МС-8), -30°С, -2°С и -15°С; VI – мягкий парафин

На опытную партию масла низкотемпературного обезмасливания гача составлены и утверждены технология и технические условия под маркой «Масло технологическое И-8Ам» ТУ 0253-010-33818158-2000.

В настоящее время утверждены и зарегистрированы постоянные технические условия на масла, полученные из маловязкого рафината при комплексной переработке. Предусмотрено производство двух марок «Масла технологического» с температурами застывания минус 2 и минус 15°С.

Масло с температурой застывания минус 15°С предложено получать компаундированием второго низкозастывающего масла глубокой депарафинизации и масла на основе слоп-вокса низкотемпературного обезмасливания.

Предложенные технологические решения позволяют получить дополнительно до 42% высококачественных базовых масел, а также до 18% мягкого парафина – сырья для производства СЖК.

Технология защищена патентом РФ №2184137.

В четвертой главе на основании исследования вариантов извлечения масел и парафинов из средневязкого и вязкого рафинатов предложена схема их комплексной переработки. С целью снижения концентрации кристаллизующихся при глубокой депарафинизации углеводов, и снижения таким образом структурной вязкости сырьевой суспензии, предложен процесс предварительной частичной депарафинизации рафинатов (депарафинизация в обратной последовательности). В подобранных условиях из рафинатов выделяются наиболее высокоплавкие углеводороды. При трехступенчатой фильтрации получен парафин с содержанием масла менее 1%.

Проведена глубокая депарафинизация (табл. 7) частично депарафинированным рафинатам с целью извлечения масла с температурой застывания не выше минус 42°С. С увеличением пределов выкипания масляных фракций значительно снижается содержание низкозастывающих масел в рафинатах.

Условия и результаты частичной
депарафинизации рафинатов

Показатели	Значение для рафинатов	
	средневязкого	вязкого
Условия		
1. Соотношение растворитель:сырье на 1 ступени фильтрации		
-на разбавление	2:1	2:1
-на промывку	1:1	1:1
2. Температуры фильтрации по ступеням, °С	-5, -3, 0	0, 2, 5
Результаты		
1. Выход парафина,%	9	7,5
2. Температура плавления парафина, °С	56	65
3. Содержание масла в парафине, %	0,89	0,6
4. Температура застывания частично депарафинированного рафината, °С	+4	+6

При сравнении с глубокой депарафинизацией рафинатов, в предлагаемом способе наблюдается повышение выхода низкозастывающих масел на 4,4% и снижение на 3,8% соответственно для средневязкого и вязкого рафинатов.

Проведены исследования по разделению полученных гачей на депарафинированное масло и мягкий парафин в процессе низкотемпературного обезмасливания (табл. 8). В подобранных условиях, в две ступени фильтрации, получено дополнительно 17,8 и 34,2% депарафинированных базовых масел и 11,3 и 13,9 % мягких парафинов в пересчете на средневязкий и вязкий рафинаты соответственно.

Результаты проведенного исследования показали возможность безотходной переработки рафинатов при получении из них низкозастывающих масел (рис. 2).

Реализацию приведенной схемы возможно осуществить на двух промышленных установках – типовой установке депарафинизации и

установке глубокой депарафинизации с дополнительным блоком регенерации растворителя.

Таблица 7

Условия и результаты глубокой депарафинизации частично депарафинированных рафинатов

Показатели	Значение для рафинатов	
	средневязкого	вязкого
Условия		
1. Соотношение растворитель:сырье		
-на разбавление	5:1	5:1
-на промывку	1:1	1:1
2. Температура фильтрации, °С	- 48	- 48
Результаты		
1. Выход депмасла, %		
на частично депарафинированный рафинат	68,0	48,0
на рафинат	61,9	44,4
2. Температура застывания депмасла, °С	- 43	- 43
3. Температура плавления гача, °С	20	14

Анализ показателей качества, приведенный в табл. 9, показывает, что перспективной областью применения полученных низкозастывающих масел является использование в системах смазки холодильных агрегатов.

Базовые масла, полученные низкотемпературным обезмасливанием гача, при пониженных вязкости и температуре застывания, обладают равными вязкостно-температурными свойствами (индексом вязкости) с маслами, полученными из исходных рафинатов традиционной депарафинизацией.

Мягкие парафины в отличие от высокоплавких содержат вдвое меньше углеводородов нормального строения (табл. 10). В составе *n*-алканов мягких парафинов преобладают более легкокипящие углеводороды рафината. Предложено использовать мягкие парафины в текстильной промышленности.

Условия и результаты низкотемпературного обезмасливания гачей глубокой депарафинизации частично депарафинированных рафинатов

Показатели	Значение для гачей	
	средневязкого	вязкого
Условия		
1. Соотношение растворитель:сырье -на разбавление	5:1	5:1
-на промывку	1:1	1:1
2. Температура фильтрации, °С	- 35, -32	-30, -28
Результаты		
1. Выход депмасла, %		
- на гач	61	71
- на рафинат	17,8	34,2
2. Температура застывания депмасла, °С	- 23	- 21
3. Температура плавления мягкого парафина, °С	31	31
4. Содержание масла в мягком парафине, %	13,4	23,4

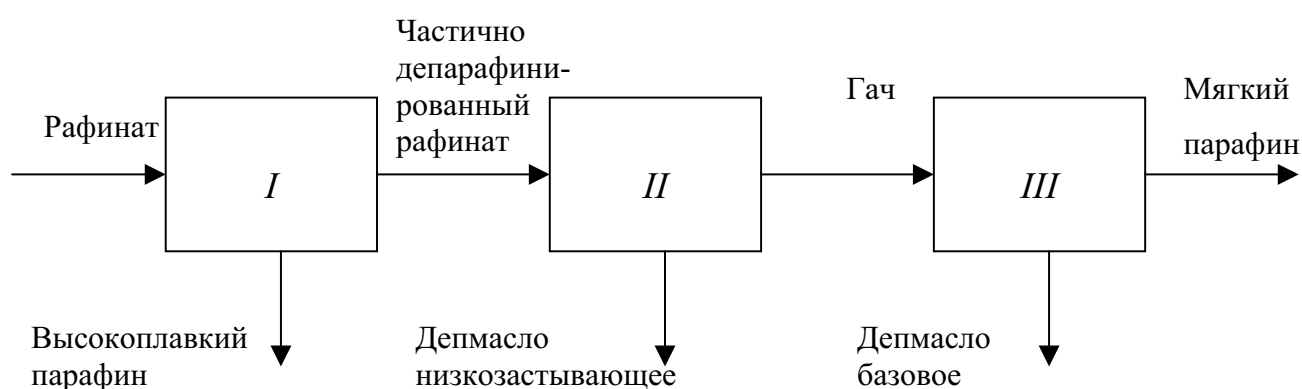


Рис.2. Схема комплексной переработки средневязкого и вязкого рафинатов:

I – частичная депарафинизация ($t_{\phi} = -5 \dots +5^{\circ}\text{C}$);

II – глубокая депарафинизация ($t_{\phi} = -50^{\circ}\text{C}$);

III – низкотемпературное обезмасливание ($t_{\phi} = -35 \dots -25^{\circ}\text{C}$)

Качество депарафинированных масел, полученных при комплексной переработке рафинатов

Показатели	Значение для рафината			
	средневязкого		вязкого	
1. Плотность при 20°C, кг/м ³	873	-	893	877
2. Вязкость кинематическая, мм ² /с				
при 100°C	5,19	5,13	8,27	7,77
при 40°C	31,4	29,2	73,3	57,6
динамическая при - 25°C, сПз	3632	-	25164	-
3. Индекс вязкости	92	104	79	96
4. Температура застывания, °C	-43	-23	-43	-21
5. Показатель преломления при 50°C	1,4752	1,4706	1,4856	1,4754

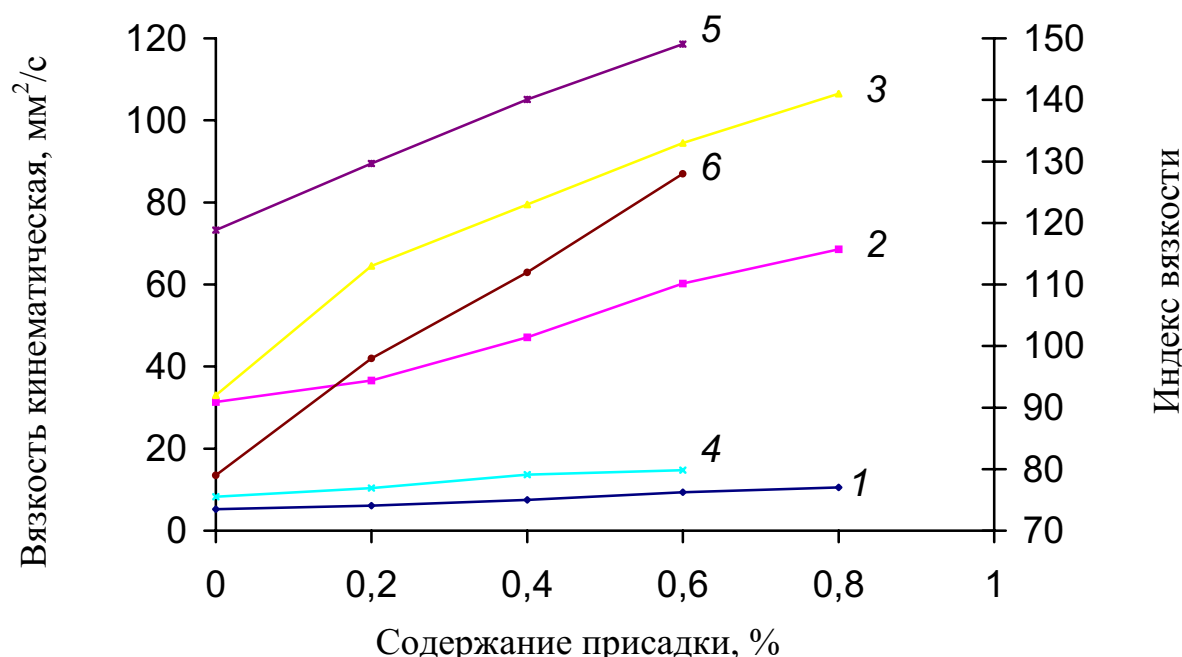


Рис. 3. Вязкостно-температурные свойства низкозастывающих масел из средневязкого и вязкого рафинатов, с добавлением присадки Shellvis-50:

1, 4 – вязкость кинематическая при 100°C соответственно средневязкого и вязкого масел; 2, 5 - вязкость кинематическая при 40°C соответственно средневязкого и вязкого масел; 3, 6 – индекс вязкости соответственно средневязкого и вязкого масел

Как видно из табл. 9, низкозастывающие масла средней и особенно высокой вязкости обладают невысокими индексами вязкости. В связи с этим исследовалось влияние добавления вязкостной присадки на вязкостно-температурные свойства полученных масел. Полученные данные (см. рис. 3) указывают на высокую приемистость масел к добавляемой присадке в исследованных концентрациях (до 0,8%), что повышает индекс вязкости масел до 130-140 пунктов. По уровню динамической вязкости при минус 25°C (4471 сПз) и кинематической вязкости при 100°C (11,2 мм²/с) образец депарафинированного масла из средневязкого рафината с содержанием присадки 0,8% соответствует классу SAE 10W/30.

Таблица 10

Качество парафинов из средневязкого рафината

Показатели	Парафин	
	твердый	мягкий
1. Температура плавления, °С	56	31
2. Содержание масла, %	4,91	13,38
3. Содержание н-алканов, %		
C ₁₈	-	0,06
C ₁₉	-	0,14
C ₂₀	-	0,67
C ₂₁	-	1,4
C ₂₂	0,04	2,09
C ₂₃	0,16	1,35
C ₂₄	0,39	1,13
C ₂₅	2,74	0,38
C ₂₆	2,16	0,47
C ₂₇	4,41	0,24
C ₂₈	1,89	0,19
C ₂₉	1,53	0,17
C ₃₀	1,30	0,14
C ₃₁	0,89	0,11
C ₃₂	0,73	0,09
C ₃₃	0,40	0,07
C ₃₄	0,37	0,05
C ₃₅	0,16	0,03
C ₃₆	0,16	0,02
C ₃₇	0,12	-
C ₃₈	0,04	-
4. Содержание изопарафино-нафтеновых углеводородов, %	82,46	90,8

В пятой главе приведены результаты исследований по вовлечению вакуумных дистиллятов ярегской нефти в производство низкозастывающих масел.

Ярегская нефть добывается шахтным способом, не содержит фракций, выкипающих ниже 183°C, получаемые вакуумные дистилляты, ввиду незначительного содержания парафинов, обладают низкими температурами застывания.

Работы, проведенные во ВНИИ НП (Левинсон С.Э. и др.), показали возможность получения из маловязкого дистиллята ярегской нефти трансформаторного масла методом адсорбционной очистки движущимся адсорбентом.

В настоящее время ассортимент специальных продуктов из ярегской нефти, получаемых на НПЗ «ЛУКОЙЛ-Ухтанефтепереработка», ограничен её первичной переработкой. Вакуумные дистилляты используются в качестве масел-мягчителей для резиновой промышленности и главным образом как печное и судовое топливо.

Таблица 11

Показатели качества и выход узких фракций
вакуумного газойля ярегской нефти

Показатели	Пределы выкипания фракции, °С						
	Н.к- 310	310- 330	330- 350	350- 370	370- 390	390- 410	410+
1. Плотность при 20°C, кг/м ³	889	891	898	908	912	916	925
2. Вязкость кинематическая, мм ² /с							
при 40°C	5,18	7,55	10,91	17,56	28,89	60,73	154,2
при 100°C	1,67	2,06	2,52	3,14	4,66	6,27	10,64
3. Температура застывания, °С	Ниже -60	-56	-48	-40	-34	-28	-15
4. Показатель преломления n_D^{50}	1,4815	1,4862	1,4922	1,4965	1,4998	1,5022	1,5058
5. Выход*, %	1,3	4,1	10,6	16,9	21,4	25,2	19,3

* потери 1,2%.

Для определения оптимального фракционного состава дистиллята на аппарате АРН-2 получены узкие десятиградусные фракции и исследовано их качество (табл. 11). Произведено смешение узких фракций в соотношении пропорционально их содержанию в вакуумном газойле и определена их температура застывания. Для получения дистиллята с температурой застывания не выше 45°C требуется выделение фракции с концом кипения не выше 370°C.

Таблица 12

Температуры застывания смесей узких фракций

Пределы выкипания фракции, °С	Температура застывания, °С	Пределы выкипания фракции, °С	Температура застывания, °С
310-350	-50	310-к.к.	-29
310-370	-44	350-к.к.	-26
310-390	-38	370-к.к.	-24
310-410	-34	390-к.к.	-20
		410-к.к.	-15

Для определения изменения температуры застывания узких фракций, проведена их очистка однократной экстракцией. В качестве растворителя применялся N-метилпирролидон в соотношении растворитель:сырье, равном 2:1. Экстракция проводилась при температуре на 20°C ниже критической температуры растворения. Результаты экстракции приведены в табл. 13.

Обнаружено увеличение температуры застывания рафинатов селективной очистки узких фракций с увеличением пределов их выкипания.

Для дальнейших исследований фракции с требуемыми пределами выкипания на аппарате АРН-2 из вакуумного газойля ярегской нефти выделены два дистиллята 300-370°C и 370-410°C, показатели качества которых представлены в табл. 14.

Режим и результаты экстракции
N-метилпирролидоном узких фракций

Пределы выкипания фракции, °С	КТР,С	Температура экстракции, °С	Выход рафината, %	Показатель преломления n_D^{50}	Температура застывания, °С	Эффект повышения температуры застывания, °С
310-330	13	-	-	-	-	
330-350	45	25	63	1,4744	-47	1
350-370	68	48	51	1,4776	-37	3
370-390	74	54	53	1,4816	-29	5
390-410	80	60	53	1,4844	-20	8
410+	91	71	56	1,4884	-12	3

Разделение вакуумного газойля ярегской нефти на две дистиллятные фракции и остаток позволит сконцентрировать смолы в остатке 420°C+, что улучшит качество масел при их последующей очистке.

Для очистки полученного маловязкого дистиллята исследовались N-метилпирролидон и фенол с различной степенью обводнения, а также фурфурол. Данные опытов представлены в табл. 15.

Как видно из таблицы, при очистке N-метилпирролидоном достигнута наилучшая степень очистки при n_D^{20} , равном 1,4836, с выходом 35,4%. Значительного увеличения выхода рафината позволяет добиться обводнение растворителя. Снижение растворяющей способности растворителя с помощью воды в количестве 2% повышает выход рафината до 61,9% с незначительным ухудшением его качества.

На основании полученных данных проведен опытно-промышленный пробег по переработке маловязкого дистиллята ярегской нефти на установке 37/2 ОАО «Ново-Уфимский НПЗ». Поставленные партии в вагонах-цистернах (всего 500 тонн) различались по качеству. Для лучшей пробы

дистиллята (табл. 1), в условиях моделирующих экстракционную колонну, проведена противоточная экстракция N-метилпирролидоном по Нэшу и Хантеру.

Таблица 14

Показатели и выход фракций 300-370 и 370-410°С

Показатели	Температуры выкипания фракции, °С	
	300-370	370-410
1. Плотность при 20°С, кг/м ³	903	907
2. Вязкость кинематическая, мм ² /с		
при 40°С	12,3	40,94
при 50°С	8,69	25,08
при 100°С	2,82	5,44
3. Показатель преломления n_D^{50}	1,4942	1,5024
4. Температура застывания, °С	-44	-31
5. Выход, %	34,0	39,7

Таблица 15

Условия и результаты очистки фракции 300-370°С
селективными растворителями

Растворитель	N- метилпирролидон				Фурфурол		Фенол		
Кратность растворитель: сырье	2,5:1	2,5:1	2,5:1	3,5:1	2,5:1	3,5:1	2:1	2:1	2:1
Содержание воды в растворителе, %	0	1	2	0	0	0	0	2	5
Выход рафината, %	39,8	50,9	61,9	35,4	61,9	55,3	35,4	44,7	54,1
Показатель преломления n_D^{50}	1,4752	1,4786	1,4806	1,4732	1,4805	1,4777	1,4789	1,4792	1,4812
n_D^{20}	1,4854	1,4874	1,4892	1,4836	1,4909	1,4892	1,4882	1,4906	1,4918
Вязкость кинематическая при 50°С, мм ² /с	8,18	8,18	8,19	-	-	8,53	7,17	8,06	8,39

По лабораторным данным потенциальное содержание высококачественного трансформаторного масла с тангенсом угла диэлектрических потерь при 90°C 0,4 в дистилляте 300-370°C составляет 59%.

Таблица 16
Показатели режима очистки дистиллята, качество и выход рафината

Показатель	Лабораторная очистка (противоток)	Опытно-промышленный пробег
Условия очистки		
1. Критическая температура растворения, °C	52,6	-
2. Температуры экстракции, °C	30, 35, 40 (в 3 ступени),	56-50
3. Соотношение растворитель:сырье	2:1	3:1
Результаты		
1. Вязкость кинематическая при 50°C, мм ² /с	7,34	6,69
2. Показатель преломления при 50°C	1,4669	1,4705
3. Температура застывания, °C	- 45	- 37
4. Содержание атомов углерода в ароматических кольцах, %	7,72	-
5. Тангенс угла диэлектрических потерь при 90°C	0,4	-
6. Выход рафината, %	59	75

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Разработана и внедрена в промышленность комплексная схема переработки маловязких рафинатов, включающая процессы глубокой депарафинизации и низкотемпературного обезмасливания гача. В комплексной схеме предусмотрено безотходное использование маловязкого рафината, с получением 38% базового низкозастывающего масла, 44% высокоиндексного базового масла, с температурами застывания соответственно минус 55 и минус 15°C, и мягких парафинов -

высококачественного сырья для синтеза жирных кислот - в количестве 18%. Способ защищен патентом РФ № 2184137.

2. Исследована и предложена комплексная схема переработки средневязкого и вязкого рафинатов, представляющая «обратную последовательность» получения депарафинированных масел и парафинов. В сравнении с традиционной «прямой последовательностью» схема позволяет снизить удельные энергозатраты на перерабатываемый рафинат на 10-15%.
3. Применение схемы «в обратной последовательности» в сравнении с традиционной при переработке средневязкого рафината позволяет увеличить выход базовых низкозастывающих масел на 4-5%. Получаемые масла при загущении вязкостной присадкой с концентрацией менее 1% обладают высокими индексами вязкости (до 146) и низкими вязкостями при отрицательных температурах, что позволяет получать на их основе всесезонные моторные масла соответствующих классу вязкости SAE 10W/30.
4. Исследован углеводородный состав мягкого парафина, получаемого из дистиллятных рафинатов. Установлено, что с утяжелением пределов выкипания исходного рафината, в составе мягких парафинов увеличивается содержание изопарафиновых и нафтеновых углеводородов. Предложены области применения мягких парафинов.
5. Установлена качественная зависимость температурного градиента депарафинизации от природы депарафинируемого сырья. Основным показателем, влияющим на температуру застывания масла, при депарафинизации является не температура застывания или плавления сырья, а содержание в нем парафино-нафтеновых углеводородов.
6. Предложена технология получения маловязких низкозастывающих масел из вакуумного газойля «марки А» ярегской нефти. Внедрение технологии, включающей вакуумную разгонку газойля и очистку N-метилпирролидоном маловязкого дистиллята, позволит получать на нефтеперерабатывающих заводах топливно-масляного профиля

трансформаторное масло и низкозастывающий высокоароматизированный экстракт без применения процесса глубокой депарафинизации.

Основное содержание диссертации опубликовано в следующих работах:

1. Ольков П.Л., Азнабаев Ш.Т., Сафаров Д.О. и др. Физико-химические свойства узких фракций твердых углеводородов туймазинской нефти // Башкирский химический журнал.- 1999.- Т.6.- №2-3.- С.92-94.
2. Азнабаев Ш.Т., Ольков П.Л., Нигматуллин В.Р., Сафаров Д.О. Оптимальный вариант депарафинизации маловязкого рафината сернистых нефтей // Методы кибернетики химико-технологических процессов (КХТП-V-99): Тез. докл. V Междунар. науч. конф.-Уфа: УГНТУ, 1999.- Т.2.- Кн. 1.- С. 158.
3. Ольков П.Л., Азнабаев Ш.Т., Нигматуллин В.Р., Сафаров Д.О. Совершенствование процесса глубокой депарафинизации // Перспективы разработки и реализации программ перехода к устойчивому развитию для промышленных регионов России: Материалы Междунар. науч.-техн. конф.- Уфа: УГНТУ, 1999.- С. 352-353.
4. Ольков П.Л., Нигматуллин Р.Г., Азнабаев Ш.Т., Белова Т.В., Сафаров Д.О., Нигматуллин В.Р. Комплексная переработка маловязкого масляного дистиллята // Наука и технология углеводородных дисперсных систем – 2000: Материалы II Междунар. симп.- Уфа: УГНТУ, 2000.- С. 28
5. Ольков П.Л., Азнабаев Ш.Т., Белова Т.В., Нигматуллин В.Р., Сафаров Д.О., Нигматуллин И.Р. Комплексная переработка маловязкого рафината //Химия и технология топлив и масел.- 2001.- №5.- С. 11.
6. Ольков П.Л., Ван Лицзюнь, Азнабаев Ш.Т., Сафаров Д.О. Влияние природы растворителя и фракционного состава масляных дистиллятов на показатели процесса их селективной очистки // Башкирский химический журнал.- Т.8.- №5.- С. 22-24.

7. Ольков П.Л., Азнабаев Ш.Т., Сафаров Д.О. Перспективная схема переработки маловязкого рафината // Материалы секции Д III Конгресса нефтегазопромышленников России.- г. Уфа, 2001.- С. 133.
8. Ольков П.Л., Азнабаев Ш.Т., Сафаров Д.О. и др. Температурный градиент депарафинизации и его зависимость от природы депарафинируемого сырья // Известия вузов. Сер. Нефть и газ.- 2001.- №4.- С. 81-83.
9. Ольков П.Л., Азнабаев Ш.Т., Сафаров Д.О. и др. Комплексная переработка маловязкого масляного дистиллята // Нефтепереработка и нефтехимия.- 2002.- №3.- С. 32-33.
10. Пат. №2184137 РФ, Способ получения маловязких высокоиндексных масел / П.Л. Ольков, Ш.Т. Азнабаев, Т.В. Белова, Д.О. Сафаров, В.Р. Нигматуллин (РФ) .-Заявлено 18.12.2000; Опубликовано 27.06.2002; Приоритет 18.12.2000 // Бюл. №18.