


С. П. Яковлев

НОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И ОБОРУДОВАНИЕ В ПРОИЗВОДСТВЕ БАЗОВЫХ МАСЕЛ И ПАРАФИНОВ

 «Инфра-Инженерия»

С. П. Яковлев

**НОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И ОБОРУДОВАНИЕ
В ПРОИЗВОДСТВЕ БАЗОВЫХ МАСЕЛ И ПАРАФИНОВ**

Монография

Москва Вологда
«Инфра-Инженерия»
2021

УДК 665.637.6/.7

ББК 35.514

Я47

Рецензенты:

кандидат технических наук, начальник отдела оборудования
ООО «ГСИ-Гипрокаучук» (г. Москва) *Каламбет Игорь Анатольевич*;

кандидат технических наук, ведущий специалист
ПАО «Славнефть-Ярославнефтеоргсинтез» (г. Ярославль)
Шахова Наталья Михайловна

Яковлев, С. П.

Я47 Новые технологии и оборудование в производстве базовых масел и парафинов : монография / С. П. Яковлев. – Москва ; Вологда : Инфра-Инженерия, 2021. – 204 с. : ил., табл.
ISBN 978-5-9729-0750-2

Рассмотрена струйная и пульсационная аппаратура, описаны технологии и оборудование для производства базовых масел и парафинов, позволяющие увеличить выход масел, повысить качество получаемых парафинов (церезинов), сократить энергоемкость производства, эксплуатационные затраты и расход применяемых реагентов, упростить конструкцию и снизить металлоемкость оборудования.

Для специалистов в области разработки и эксплуатации процессов производства масел, парафинов и церезинов с использованием избирательных растворителей. Может быть полезно студентам нефтяных вузов.

УДК 665.637.6/.7
ББК 35.514

ISBN 978-5-9729-0750-2

© Яковлев С. П., 2021
© Издательство «Инфра-Инженерия», 2021
© Оформление. Издательство «Инфра-Инженерия», 2021

ВВЕДЕНИЕ	5
1. ДЕАСФАЛЬТИЗАЦИЯ ГУДРОНА ПРОПАНОМ	8
1.1. Применение струйной аппаратуры в процессе экстракции.....	8
1.1.1. Теоретические основы интенсификации экстракции в процессе деасфальтизации.....	8
1.1.2. Результаты внедрения струйной аппаратуры на стадии экстракции в процессе деасфальтизации.....	20
1.2. Интенсификация процесса деасфальтизации за счет внедрения энергосберегающих технологий регенерации пропана из растворов деасфальтизата и асфальта.....	22
2. ПРИМЕНЕНИЕ СТРУЙНОЙ АППАРАТУРЫ В ПРОЦЕССЕ СЕЛЕКТИВНОЙ ОЧИСТКИ МАСЛЯНОГО СЫРЬЯ ФУРФУРОЛОМ.....	32
2.1. Возможности интенсификации работы экстракторов путем внедрения струйной аппаратуры	32
2.2. Схема установки инжекционной аппаратуры в схеме обвязки экстракционной колонны	33
2.3. Основы гидравлического расчета системы инжекционной подачи сырья и растворителя	37
2.4. Результаты внедрения струйной аппаратуры в процессе селективной очистки сырья фурфуролом	41
3. ИССЛЕДОВАНИЯ ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ПУЛЬСАЦИОННОЙ АППАРАТУРЫ В ПРОЦЕССЕ СЕЛЕКТИВНОЙ ОЧИСТКИ N-МЕТИЛПИРРОЛИДОНОМ.....	47
3.1. Экспериментальные исследования на пилотной установке	47
3.2. Схема аппаратурного оформления процесса в промышленных условиях.....	56
4. ПРОЦЕССЫ ДЕПАРАФИНИЗАЦИИ МАСЕЛ И ОБЕЗМАСЛИВАНИЯ ГАЧЕЙ.....	57
4.1. Процесс получения парафиновых суспензий.....	57
4.1.1. Кристаллизация из растворов парафинсодержащего сырья в процессах депарафинизации и обезмасливания.....	57
4.1.2. Результаты экспериментальных исследований. Устройство и принцип работы пульсационного кристаллизатора.....	66

4.1.3. Математическое описание тепловых и гидродинамических процессов в пульсационном кристаллизаторе. Методика теплового и гидравлического расчета кристаллизатора.....	77
4.1.4. Процессы депарафинизации и обезмасливания, основанные на применении пульсационных кристаллизаторов.....	87
4.1.4.1. Процесс депарафинизации рафинатов.....	87
4.1.4.2. Комбинированный процесс депарафинизации и обезмасливания	97
4.1.4.3. Комбинированный процесс депарафинизации и обезмасливания с перекристаллизацией гача	105
4.1.4.4. Выбор насоса для перекачки суспензии, полученной в пульсационном кристаллизаторе.....	109
4.1.4.5. Обезмасливание гачей	115
4.1.4.6. Комбинирование сольвентного процесса обезмасливания с каталитическими процессами получения масел	120
4.1.4.7. Применение раздельной кристаллизации в комбинированном процессе депарафинизации – обезмасливания	129
4.1.4.8. Повышение эффективности применения пульсационных кристаллизаторов при внедрении новой технологии регенерации растворителя.....	138
4.1.5. Конструктивные и технологические параметры пульсационного кристаллизатора	148
4.1.6. Сопоставление эффективности комбинированного процесса депарафинизации – обезмасливания с применением пульсационного кристаллизатора с показателями технологии Dilchill	149
4.1.7. Сопоставление эффективности пульсационного кристаллизатора с регенеративными кристаллизаторами скребкового типа	152
4.2. Процесс разделения парафиновых суспензий.....	160
4.2.1. Фильтрование парафиновых суспензий в процессах депарафинизации и обезмасливания	160
4.2.2. Принцип работы динамического пульсационного фильтра. Результаты экспериментальных исследований	161
4.2.3. Математическое описание процесса разделения суспензий на динамическом пульсационном фильтре. Методика расчета процесса фильтрования.....	173
4.2.4. Особенности конструкции динамического пульсационного фильтра. Схема включения фильтра в технологическую схему	184
ЛИТЕРАТУРА	192

Технология производства базовых масел и твердых парафинов включает следующие основные этапы: получение масляных фракций, очистка масляных фракций от нежелательных углеводородов и гетероорганических соединений с получением базовых масел-компонентов и побочных продуктов. В качестве побочных продуктов образуются асфальт, экстракты, являющиеся сырьем для производства битумов, сажи и других темных продуктов, а также гачи и петролатум, применяемые для производства парафинов, церезинов и другой восковой продукции.

Получение масляных фракций осуществляется разгонкой нефти на установках атмосферно-вакуумной перегонки (АВТ) или мазута на установках вакуумной перегонки (ВТ). При этом получают несколько вакуумных масляных дистиллятов различной вязкости и остаток вакуумной перегонки – гудрон.

В качестве сырья используются нефти, различающиеся содержанием парафина, сернистых и асфальтосмолистых веществ, а также потенциальным содержанием масел и их качеством. В настоящее время наиболее массовым сырьем являются смеси сернистых парафинистых нефтей, к числу которых относятся смеси западносибирских и волго-уральских нефтей.

Технология производства базовых масел включает в себя ряд процессов. Назначение каждого из них – удаление из сырья групп углеводородов и соединений, присутствие которых в масле нежелательно (асфальтосмолистых соединений, полициклических ароматических углеводородов с низким индексом вязкости, гетероорганических соединений и твердых парафиновых углеводородов). В свою очередь, выделенные твердые углеводороды (парафины и церезины) после соответствующей очистки являются товарной продукцией.

В настоящее время основной объем базовых масел и твердых парафинов производится с использованием экстракционных процессов: пропановой деасфальтизации, селективной очистки фенолом, фурфуролом или N-метилпирролидоном, депарафинизации рафинатов и обезмасливания гачей (петролатумов). Для доочистки депарафинированных масел, парафинов и церезинов на современных маслблоках применяется процесс гидроочистки.

Гидрогенизационные процессы (гидрокрекинг, гидроизомеризация, гидрокаталитическая депарафинизация) играют все большую роль в современном производстве масел, что обусловлено рядом преимуществ этих процессов перед экстракционными, но в настоящее время по ряду причин они еще не получили широкого распространения в отечественной промышленности.

Технология процессов деасфальтизации гудронов пропаном, селективной очистки вакуумных дистиллятов и деасфальтизатов, депарафинизации рафинатов и обезмасливания гачей, осуществляемых на типовых установках, также как и аппаратурное оформление этих процессов, не претерпели принципиальных изменений в течение последних 40–50 лет. Все усилия разработчиков сводились к не существенному совершенствованию существующих технологий и используемого оборудования – внедрялись новые растворители, увеличивались размеры аппаратуры. Но не создавались принципиально новые технологии и конструкции оборудования.

Длительная промышленная эксплуатация этих установок показала ряд недостатков применяемой технологии и используемого оборудования.

Не достаточная эффективность работы экстракторов в процессах деасфальтизации и селективной очистки приводит к низким отборам деасфальтизатов и рафинатов при неоправданно завышенных кратностях растворителей к сырью.

Используемое в процессах депарафинизации и обезмасливания кристаллизационное оборудование (регенеративные и испарительные скребковые кристаллизаторы) совершенствовалось в направлении увеличения диаметров теплообменных труб, повышения площади поверхности теплопередачи, применения новых материалов и конструкции скребков. Однако процесс получения парафиновых суспензий в скребковых кристаллизаторах характеризуется образованием высокодисперсной кристаллической структуры выделяющейся твердой фазы. Фильтрационные характеристики таких суспензий определяют низкие отборы депарафинированного масла и повышенное содержание масла в парафинах и церезинах. Связанная с этим необходимость увеличения кратности растворителя к сырью для достижения заданных показателей процесса приводит к повышению его энергоемкости.

Применение в процессах депарафинизации и обезмасливания барабанных вакуумных фильтров на стадии разделения суспензий не позволяет интенсифицировать их фильтрование. Качество и скорость отделения жидкой фазы полностью определяются фильтрационными характеристиками суспензии, зависящими от предыдущей стадии процесса – кристаллизации. Попытки модернизации этого оборудования, оптимизации режима фильтрования и применения новых фильтрующих материалов сводились к увеличению поверхности фильтрования и замене отдельных узлов. Все это не приводило к существенному повышению отборов депарафинированного масла и улучшению качества парафинов (церезинов).

Кроме этого применяемое в настоящее время кристаллизационное и фильтровальное оборудование является сложным по конструкции, металлоемким и требующим значительных затрат при эксплуатации, обслуживании и ремонте.

Настоящая работа является обобщением результатов разработки и внедрения струйной и пульсационной аппаратуры, и других новых технических решений технологии и оборудования производства базовых масел и парафинов с целью повышения его эффективности: увеличения выхода масел, повышения качества получаемых парафинов (церезинов), сокращения энергоемкости производства, эксплуатационных затрат и расхода применяемых реагентов, упрощения конструкции и снижения металлоемкости оборудования.

1. ДЕАСФАЛЬТИЗАЦИЯ ГУДРОНА ПРОПАНОМ

1.1. Применение струйной аппаратуры в процессе экстракции

1.1.1. Теоретические основы интенсификации экстракции в процессе деасфальтизации

В остатках вакуумной разгонки мазута – гудронах – содержится большое количество асфальто-смолистых веществ. Эти углеводороды являются нежелательными компонентами смазочных масел и их выделение – задача процесса деасфальтизации гудронов. Растворенные или диспергированные в сырье асфальто-смолистые вещества удаляют с использованием растворителей, в качестве которых обычно применяют сжиженные низкомолекулярные алканы [1, 2].

В промышленном производстве нефтяных масел в качестве растворителя в основном используют сжиженный пропан. Растворимость углеводородов масляного сырья в пропане в области повышенных температур (75–90 °С) уменьшается с увеличением их плотности и молекулярной массы. Смолы и особенно асфальтены – наименее растворимые в жидком пропане компоненты сырья. На этом основано использование пропана как деасфальтирующего растворителя. Пропан способствует коагуляции асфальто-смолистых веществ при одновременной избирательной экстракции масляных компонентов сырья.

Протекание процесса деасфальтизации определяют следующие факторы: температурный режим экстракции; кратность растворителя к сырью; характер сырья [3]. Влияние этих факторов достаточно изучено на основании экспериментов и промышленной эксплуатации установок деасфальтизации, разработанные методики расчета [1] позволяют с высокой степенью достоверности находить оптимальные условия проведения процесса.

Установки деасфальтизации включают два основных блока: экстракции-извлечения пропаном из сырья целевых масляных компонентов – и регенерации растворителя из растворов деасфальтизата и асфальта.

Продуктами процесса разделения сырья являются деасфальтизат, используемый для выработки остаточных масел и асфальт, служащий сырьем для производства битумов или компонентом котельного топлива. В получаемом деасфальтизате значительно снижаются коксуемость, вязкость, плотность, показатель преломления, содержание никеля и ванадия. Затем он направляется на дальнейшую селективную очистку от поли- и бициклических ароматических углеводородов и депарафинизацию.

Процесс деасфальтизации гудронов пропаном осуществляют в противоточных цилиндрических колоннах высотой 18–22 м с решетчатыми тарелками типа жалюзи либо с перфорированными тарелками с керамической насадкой. Диаметр деасфальтизационных колонн находится в пределах 2,4–3,6 м. Для равномерного распределения сырья и пропана по горизонтальному сечению имеются трубчатые распределители с большим числом отверстий. Для создания заданного температурного режима, колонны оснащены внутренними подогревателями.

На установках деасфальтизации наиболее широко применяют колонны с внутренним паровым подогревом [2, 4], так как благодаря более равномерному температурному градиенту в таких колоннах обеспечивается более высокий выход деасфальтизата повышенного качества по сравнению с колоннами, имеющими выносной подогреватель или выносную отстойную камеру. Деасфальтизационные колонны работают по принципу противотока. В нижней части колонны в зоне ввода пропана происходят коагуляция асфальтенов и выделение из сырья компонентов, не растворимых при данной температуре в пропане. Раствор остальных компонентов в пропане поднимается вверх навстречу потоку компонентов, не растворившихся в пропане при более высоких температурах в верхней части колонны, которые играют роль внутреннего орошения. При этом по всей высоте колонны между раствором компонентов сырья в пропане и внутренним орошением происходит обмен компонентами, различающимися по структуре и, следовательно, обладающими разной растворимостью в пропане в зависимости от температуры. В результате из раствора деасфальтизата выделяются смолисто-асфальтеновые вещества и низкоиндексные полициклические соединения, которые составляют асфальтовую фазу.

Одним из условий, обеспечивающих четкость разделения компонентов сырья, является контакт между поднимающимся и опускающимся потоками в деасфальтизационной колонне. При использовании жалюзийных тарелок наблюдается повышение температуры низа колонны с одновременным понижением температуры верха против расчетной, что снижает температурный градиент и выход деасфальтизата. Это указывает на недостаточное диспергирование сырья, приводящее к ухудшению массо- и теплообмена в аппарате.

При анализе работы промышленных колонн деасфальтизации [5] обнаружено, что с понижением температуры низа колонны в результате смещения фазового равновесия происходит разделение асфальтовой фазы на раствор высоковязких масляных компонентов в пропане и раствор пропана в смолисто-асфальтеновых веществах, причем смещение фазового равновесия системы усиливается при введении в зону разделения фаз небольшого количества пропана.

На основе этого разработан [5] способ вывода промежуточного раствора высоковязких масляных компонентов в качестве бокового погона из деасфальтизационной колонны и предложен вариант реконструкции одноступенчатой установки деасфальтизации с получением в одной колонне двух деасфальтизатов, различающихся по качеству. Кроме того, вывод высоковязких компонентов из нижней части колонны снижает кратность внутренней циркуляции в экстракционной зоне колонны, что улучшает проведение процесса и позволяет выводить с верха колонны деасфальтизат с низкой коксуемостью.

Однако этот способ не обеспечивает увеличения выхода деасфальтизата за счет интенсификации процесса массообмена в зоне противоточного движения потоков и не нашел промышленного применения.

На некоторых деасфальтизационных установках применяют роторно-дисковые контакторы (РДК) диаметром 2,4 м высотой около 20 м. Внутри аппарата расположен вал с 20 дисками (ротор), а у стен закреплены с шагом 0,3 м кольцевые перегородки. Вал с дисками приводится во вращение мотором с нижним приводом. Частоту вращения можно менять в пределах 10–60 об/мин. Однако эксплуатация этих контакторов не показала преимуществ по сравнению с аппаратами без механического перемешивания. К эксплуатационным недостатком РДК следует отнести наличие сложного уплотнительного устройства вала, требующего повышенной надежности, что обусловлено характером применяемого растворителя и высокого давления в аппарате 3,6–4,2 МПа.

Со времени разработки и внедрения процесса деасфальтизации гудронов пропаном конструкция деасфальтизационных колонн и технология процесса не претерпели принципиальных изменений.

Недостаточная эффективность работы деасфальтизационных колонн, приводит к низким отборам целевого продукта (деасфальтизата) при неоправданно завышенных кратностях пропана к сырью. Следствием этого является потеря компонентов остаточных масел, попадающих в раствор асфальта, и повышенные энергозатраты на регенерацию пропана из продуктов разделения сырья.

Предложен способ интенсификации процесса деасфальтизации [6], в котором к сырью сначала добавляют часть растворителя, затем перемешивают при числах Рейнольдса 12 000–50 000 в течение 3–7 с, после этого смесь подается в деасфальтизационную колонну, где она обрабатывается остальным количеством пропана. Целью способа является повышение выхода деасфальтизата за счет обеспечения более полного контакта сырья и растворителя на стадии предварительного разбавления. Однако в этом случае остаются неизменными условия проведения процесса в деасфальтизационной колонне. Т. е. интенсификация массообмена в аппарате не предусмотрена, что отражается на показателях процесса деасфальтизации.

В работе [7] для увеличения выхода деасфальтизата в процессах деасфальтизации тяжелых углеводородных фракций сырье после смешения с растворителем подвергают обработке акустическим полем совместно с динамическим воздействием посредством перемешивания высокоскоростной турбинной мешалкой. После последующего отстаивания смесь разделяется на растворы деасфальтизата и асфальта.

Недостатком этого способа деасфальтизации является то, что создание акустического поля требуемой интенсивности связано со значительными энергетическими затратами. Кроме этого оснащение деасфальтизационной колонны в промышленных условиях, при реальных масштабах аппарата, высокоскоростной мешалкой технически трудно осуществимо и при использовании в качестве растворителя сжиженного пропана связано с повышенной опасностью производства.

В способе [8] предлагается интенсифицировать процесс деасфальтизации гудронов пропаном путем пульсационного воздействия на сырьевую смесь в деасфальтизационной колонне. Пульсация осуществляется посредством создания возвратно- поступательного движения в трубопроводе, соединенном с коллектором, расположенным в деасфальтизационной колонне, поршневым или плунжерным насосом. Целью способа является повышение выхода деасфальтизата при снижении кратности пропана к сырью за счет интенсификации массообмена в аппарате.

Недостатком этого способа является необходимость установки дополнительного оборудования – насоса для создания пульсации. Кроме этого анализ технических возможностей серийно выпускаемых насосов показал, что включение насоса с максимальными производительностью и объемом подаваемой жидкости за один ход поршня или плунжера не обеспечат требуемой интенсивности пульсации среды в деасфальтизационной колонне промышленного масштаба.

В работе [9] с целью повышения выхода деасфальтизата и снижения кратности пропана к сырью в процессах деасфальтизации гудронов пропаном интенсификация смешения сырья и пропана в зонах их подачи в колонну достигается путем их подачи через инжекторы и отражатели, установленные в аппарате. Увеличение поверхности контакта фаз за счет диспергирования потоков приводит к более полному отбору масляных компонентов при возможности снижения количества подаваемого пропана.

Однако в этом случае не рассматривается вопрос интенсификации процесса массообмена в зоне основного контакта фаз – пространстве между зонами ввода сырья и растворителя.

Исследования возможности применения в процессах деасфальтизации контактных устройств, эффективных при экстракционной очистке гудронов парными

растворителями [10], показали, что их внедрение связано с трудностями, обусловленными высокой вязкостью дисперсионной среды и дисперсной фазы.

В работе [1] разработана математическая модель процесса деасфальтизации пропаном, основой которой являются модифицированные параметры растворимости, полученные из уравнений растворимости Гильдебранда:

$$\sigma_p = \left[\frac{(\Delta L_p - RT_p)x''}{V_p} + \frac{I_k M_k (1 - x'')}{V_k} + \frac{RT(\ln V_k - \ln V_p)}{V_k} \right]^{0.5}; \quad (1.1)$$

$$\sigma_k = \left[\frac{(\Delta L_k - RT_k)(1 - x'')}{V_k} + \frac{I_p M_p x''}{V_p} + \frac{RT(\ln V_k - \ln V_p)}{V_p} \right]^{0.5}, \quad (1.2)$$

где $\Delta L_p, \Delta L_k$ – изменение скрытой теплоты испарения растворителя и компонента, кДж/кг;

I_p, I_k – исходные энтальпии растворителя и компонента, кДж/кг;

M_p, M_k – молекулярные массы растворителя и компонента;

$x'', (1 - x'')$ – мольные объемные концентрации растворителя и компонента;

T_p, T_k – температуры кипения растворителя и компонента, К;

V_p, V_k – мольные объемы растворителя и компонента, м³/моль;

T – абсолютная температура образования раствора, К;

R – универсальная газовая постоянная, кДж/(моль·К).

После решения этих уравнений для соответствующих условий деасфальтизации массовые доли растворителя и компонентов в экстрактной фазе находятся из уравнения:

$$RT = [V_p X'' + (1 - X'')] (\sigma_p - \sigma_k)^2, \quad (1.3)$$

где X'' и $1 - X''$ – мольные объемные концентрации растворителя и компонента в экстрактной фазе.

Расчеты процесса деасфальтизации показали удовлетворительную сходимость расчетных данных с результатами промышленных испытаний. Т. е. предлагаемое математическое описание может быть использовано при поиске способов оптимизации режимов деасфальтизации и в качестве теоретической основы для создания математической модели модернизированного процесса.

В работе [11] обращено внимание на коллоидно-химические особенности процесса деасфальтизации и связанные с этим возможности его интенсификации. Отмечено, что сжиженный углеводородный растворитель (пропан) вызывает

сложные коллоидно-химические изменения в нефтяном остатке, ведущие к получению кинетически неустойчивой нефтяной дисперсной системы с характерной склонностью к расслоению. В присутствии растворенных смол происходит пептизация асфальтенов.

С целью интенсификации массообменных процессов в колонне деасфальтизации рассматриваются известные технологические решения: противоточная подача сырья и растворителя в экстракционную колонну, оснащенную жалюзийными или перфорированными тарелками, создание температурного градиента в аппарате, порционная подача растворителя по высоте колонны, подогрев раствора деасфальтизата в верхней части аппарата и т. д.

К другим способам повышения эффективности процесса относятся применение добавок полярных веществ (ацетона, диэтилкарбамата) [4]. Подача в сырье деасфальтизации 10–15 % ацетона повышает выход деасфальтизата без ухудшения его качества за счет более четкого распределения нефтяных компонентов между дисперсной фазой и дисперсионной средой. Однако это связано с усложнением процесса регенерации растворителя, обусловленным вводом в систему дополнительного компонента.

За рубежом активно внедряется новый процесс деасфальтизации из нефтяного сырья широкого спектра [12–14]. Процесс ROSE (Residuum Oil Supercritical Extraction) буквально переводится как экстракция нефтяных остатков в сверхкритических условиях. На всех построенных, или реконструированных установках деасфальтизации в производстве остаточных масел в основном реализуют лишь регенерацию растворителя в сверхкритических условиях. Основным преимуществом регенерации растворителя в сверхкритических условиях является отсутствие необходимости его испарения. Основное количество растворителя (85–93 % мас. [15]) отделяется от деасфальтизата в сверхкритических условиях, когда переход жидкость–пар осуществляется без скачка плотности, критическая точка характеризуется обращением в ноль теплоты испарения [16].

В процессе ROSE для получения масляных деасфальтизатов в качестве растворителя применяется только пропан.

Фирма Kerr-McGee проводит работы не только по «сверхкритической» регенерации, но и по экстракции деасфальтизатов в сверхкритических условиях [17].

Процесс ROSE является одним из наиболее популярных процессов в зарубежной нефтепереработке, направленным, в основном, на сокращение общего расхода энергии.

Основное количество растворителя регенерируется в сверхкритических условиях без испарения, с последующей рекуперацией тепла сверхкритического растворителя. Становится возможным увеличение объемной кратности растворителя к сырью с 5 до 10–12 при незначительном увеличении энергозатрат

(на ~10 % возрастает расход электроэнергии при постоянных затратах пара и топлива) [15].

Таким образом, повышение выхода деасфальтизата заданного качества достигается в этом процессе только за счет возможности значительного увеличения кратности пропана к сырью, что требует, как указано выше, дополнительных энергозатрат на его регенерацию. Проблемы интенсификации основной стадии процесса – экстракции, происходящей в противоточной деасфальтизационной колонне не рассматривались. Технология процесса экстракции и его аппаратное оформление остаются неизменными.

Кроме этого внедрение процесса ROSE требует строительства новых установок деасфальтизации или существенной реконструкции действующих производств, что в условиях отечественной нефтепереработки связано со значительными трудностями.

Одно из направлений настоящей работы – поиск и реализация путей интенсификации работы деасфальтизационных колонн с целью повышения отбора деасфальтизата заданного качества наряду с сокращением кратности пропана к сырью.

По аналогии с существующими способами повышения эффективности массообмена в противоточных экстракционных аппаратах путем создания внешних циркуляционных потоков было сделано предположение о целесообразности применения аналогичного приема в процессе деасфальтизации. Для теоретических исследований такой возможности было разработано математическое описание, за основу которого принята модель, предложенная в работе [1], построенная на модифицированных параметрах растворимости, полученных из уравнений растворимости Гильдебранда.

В разработанной модели тепло-массообмена учтена возможность циркуляции потоков в аппарате и внесены дополнения, учитывающие ее влияние на температурный профиль в колонне. Расчеты на компьютере по специально созданной программе, основанной на этой модели, подтвердили справедливость сделанного предположения, что послужило теоретической базой нового способа интенсификации деасфальтизации гудронов. В отличие от известных приемов, заключающихся в создании внешних циркуляционных контуров, разработанный способ основан на использовании энергии струй входящих в аппарат потоков путем подачи сырья и растворителя через установленные в ней инжекторы, оснащенные коллекторами и отражателями.

Сущность способа [18] поясняется схемой, приведенной на рис. 1.1. Сырье (или смесь сырья с растворителем) и растворитель (или часть этих потоков) подают в верхнюю и нижнюю части пустотелого или оснащенного контактными устройствами колонного аппарата. Поступая в сопла инжекторов, входящий

сырьевой поток и растворитель, инжектируют через коллекторы сырьевую смесь из нижележащих зон аппарата в зону подачи сырья и растворителя, соответственно.

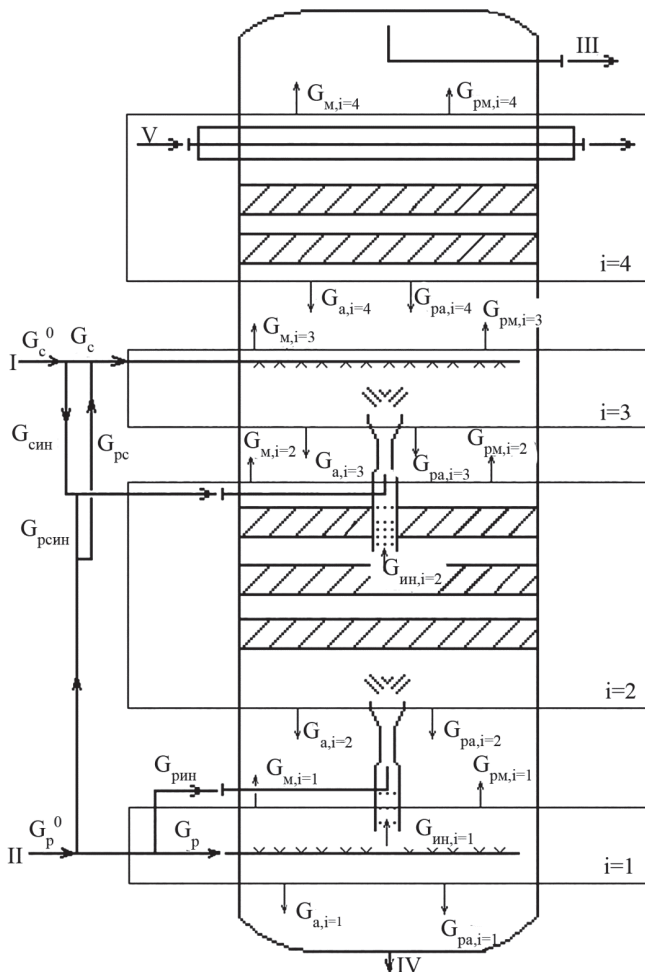


Рис. 1.1. Схема потоков в деасфальтизационной колонне при инъекционном способе подачи сырья и растворителя:

I – сырье; II – растворитель; III – раствор десфальтизата; IV – асфальтовый раствор;
V – теплоноситель

Процесс, происходящий при вводе сырья в аппарат, представляется следующим образом. Сырье, выходящее из сопла с высокой скоростью, попадает в сужающуюся часть инжектора. При этом в полости коллектора создается

разрежение, приводящее к движению смеси, находящейся в нижележащем сечении аппарата в эту полость.

Т. е. поток сырья увлекает за собой эту смесь и нагнетает (инжектирует) ее через инжектор, образуя высокоскоростной поток, который дробится на отражателях (наборе полых усеченных конусов или дисков с отверстиями). Образовавшиеся потоки равномерно распределяются по сечению колонны, контактируя с нисходящим потоком раствора рефлюкса, поступающего из вышележащей зоны аппарата.

При подаче растворителя через соответствующий инжектор, инжектирование смеси из нижележащей зоны аппарата, смешение потоков и распределение смеси по сечению аналогичны описанным выше процессам, сопровождающим подачу сырья.

Таким образом, разработанный способ подачи сырья и растворителя обеспечивает не только интенсивное перемешивание с неравновесными потоками в соответствующих зонах аппарата, распределение образующихся смесей по его сечению, но и создание контуров циркуляции потоков между зонами с разной температурой и концентрацией компонентов сырья и используемого растворителя. Дальнейшее движение потоков обусловлено разностью их плотностей. Развитие поверхности контакта фаз и интенсификация массообмена между ними позволяет приблизить сырье и растворитель, поступающие в аппарат к состоянию равновесия с потоками, движущимися в соответствующих зонах колонны.

При этом происходит более полное извлечение целевых компонентов из сырья уже на стадии его подачи в аппарат и дополнительное извлечение этих компонентов из потока, контактирующего с растворителем в нижней части колонны – снижение потерь деасфальтизата с асфальтовым раствором. Повышается селективность процесса, увеличивается выход целевых компонентов (выход деасфальтизата при заданном его качестве) наряду со снижением кратности растворителя к сырью – уменьшением энергозатрат.

Принятые обозначения потоков на рис. 1.1: G_c^0 – общее количество сырья, поступающего в деасфальтизационную колонну; G_p^0 – общее количество растворителя, поступающего в деасфальтизационную колонну; G_c , G_p – сырье и растворитель, поступающие в распределительные коллекторы; G_{pc}^0 – растворитель, подаваемый в распределительный коллектор подачи сырья; $G_{m,i}$, $G_{a,i}$ – количество масла и асфальта (рефлюкса), покидающего i -ю ступень контакта (количество теоретических ступеней контакта в деасфальтизационной колонне принято равным 4); $G_{pm,i}$, $G_{pa,i}$ – количество растворителя (в масляном и асфальтовом растворе), покидающего i -ю ступень контакта; $G_{cм}$ – сырье, подаваемое

в верхний инжектор; G_{pin} – растворитель, подаваемый в нижний инжектор; $G_{рсин}$ – растворитель, подаваемый в инжектор подачи сырья.

Выбранный в качестве сырья для проведения исследований и расчетов гудрон смеси западносибирских нефтей был представлен (по аналогии с принятой за основу моделью) в виде пяти фракций: 1 – парафинонафтеновая, 2 – легкая ароматика, 3 – средняя ароматика, 4 – тяжелая ароматика, 5 – коагулят. Основные свойства гудрона приведены ниже:

Фракционный состав, °C:

– НК	422
– 5 %	482
– при 500 °C, %	12
ВУ при 80 °C, сек.	80

В качестве примера на рис. 1.2 приведена расчетная зависимость выхода деасфальтизата и его коксуемости от кратности пропана к сырью при существующей технологии и при инжекционной подаче сырья в колонну при коэффициенте инжекции $k_2 = \frac{G_{ин,2}}{(G_{син} + G_{рсин})} = 2$. На рис. 1.3 показано влияние коэф-

фициента инжекции сырьем k_2 на показатели процесса при изменении кратности растворителя. Температуры верха и низа колонны (теоретических ступеней контакта $i = 1$ и $i = 4$ – см. рис. 1.1) для приведенных расчетов были приняты равными 55 и 80 °C, соответственно.

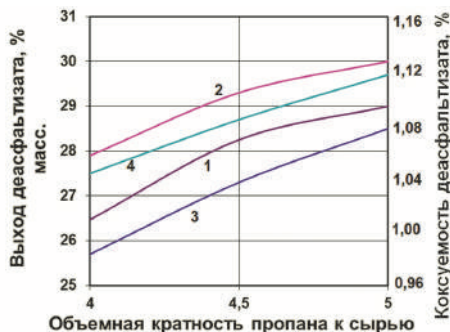


Рис. 1.2. Влияние кратности пропана к сырью на выход деасфальтизата (1, 2) и его коксуемость (3, 4):

1, 3 – существующая технология;
2, 4 – при инжекционной подаче сырья;
коэффициент инжекции $k_2 = G_{ин,i} = 2/G_{син} = 2$

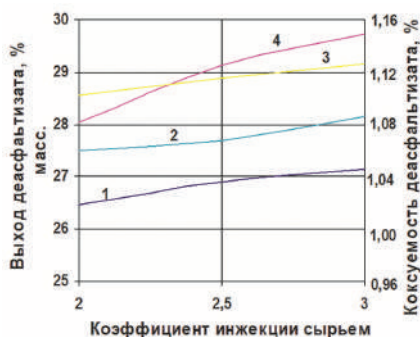


Рис. 1.3. Зависимость выхода деасфальтизата (1, 3) и его коксуемости (2, 4) от коэффициента инжекции сырьем $k_2 = G_{ин,i} = 2/G_{син}$ при общей объемной кратности пропана с сырьем:

1, 2 – 3,6:1; 3, 4 – 4,2:1

Т. е. при инъекционной подаче сырья с коэффициентом инжестирования $k_2 = 2$ выход деасфальтизата повышается на 1,5–1,7 % (при равных кратностях пропана к сырью) наряду с увеличением его коксуетости в пределах, допустимых для его дальнейшей переработки – экстракционной очистки селективным растворителем. Эффективность такой подачи сырья выше при снижении кратности пропана к сырью. Повышение кратности инъекции сырьем до $k_2 = 3$ приводит к росту выхода деасфальтизата еще на 0,4–0,5 % при незначительном повышении его коксуетости.

На рис. 1.4, 1.5 показано изменение по высоте колонны концентрации фракций (в виде смеси которых представлено рассматриваемое сырье) в масляной фазе, покидающей соответствующую ступень контакта при традиционной технологии и инъекционной подаче сырья ($k_2 = 2$) при объемной кратности пропана к гудрону 1:4,2. Для приведенных выше вариантов деасфальтизации на рис. 1.6 приведена зависимость выхода этих фракций от их содержания в сырье, определенная как отношение их количества в масляном растворе 4-й ступени контакта (в растворе деасфальтизата) к их расходу в составе сырья.

Концентрация фракций в масляной фазе на теоретических ступенях контакта в рассмотренных вариантах изменяется незначительно. Однако повышение отбора фракций 2 и 3 (рис. 1.6) при инъекционной подаче сырья обеспечивает увеличение выхода деасфальтизата заданного качества (рис. 1.2).

Расчеты процесса деасфальтизации при инъекционной подаче гудрона и пропана показали, что увеличение массовой кратности к сырью растворителя, подаваемого в нижний инжестор $G_{рин}$ (рис. 1.1) выше 0,2:1,0 и коэффициента

инжестии $k_1 = \frac{G_{ин,1}}{G_{рин}}$ более 5, нецелесообразно. При коэффициентах инжестирования сырьем и пропаном – $k_2 = \frac{G_{ин,2}}{G_{син}} = 2,2 - 2,5$ и $k_1 = \frac{G_{ин,1}}{G_{рин}} = 5,0 - 5,2$

обеспечивается повышение выхода деасфальтизата заданного качества на 1,8–2,4 % мас. при возможности снижения общей объемной кратности пропана к сырью на 15–16 % (отн.).

Разработанный способ интенсификации деасфальтизации гудронов пропаном внедрен на производстве масел и парафинов КМ-2 ПАО «Славнефть-Ярославнефтеоргсинтез». Результаты внедрения [19], показали высокую степень сходимости с расчетными показателями, что свидетельствует о достаточном уровне достоверности разработанного математического описания и соответствующего программного обеспечения.

В пустотелой колонне (деасфальтизаторе), оснащенной инъекционной системой подачи реагентов, было достигнуто повышение выхода деасфальтизата улучшенного качества на 2,5–3,0 % мас. при возможности сокращения объемной кратности пропана к сырью на 15–20 % отн. и увеличения загрузки деасфальтизатора по сырью [19].

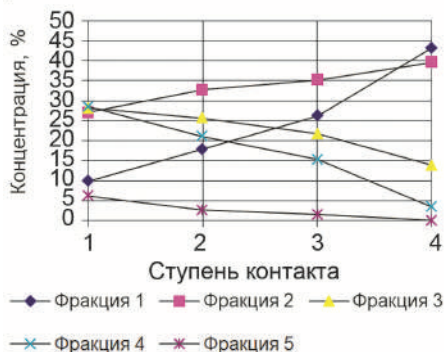


Рис. 1.4. Концентрация фракций сырья в масляной фазе на соответствующей ступени контакта при существующей технологии

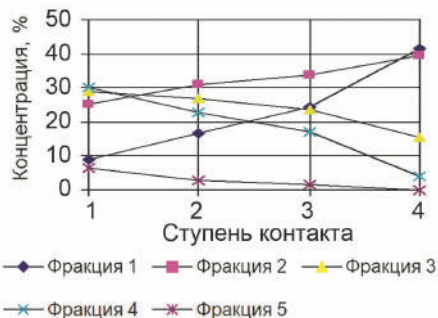


Рис. 1.5. Концентрация фракций сырья в масляной фазе на соответствующей ступени контакта при коэффициенте инъекции сырьем $k = 2$

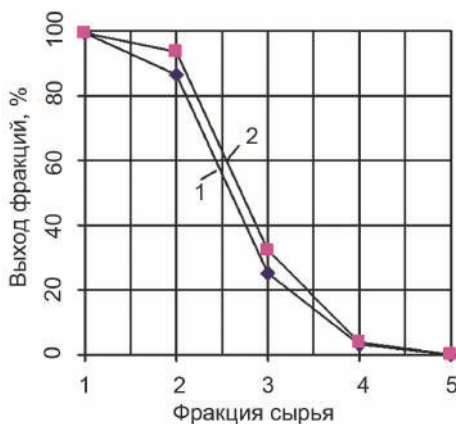


Рис. 1.6. Выход (от содержания в сырье) фракций в деасфальтизат при объемной кратности пропана 1:4,2:

1 – существующая технология;
2 – коэффициент инъекции сырьем $k = 2$

**1.1.2. Результаты внедрения струйной аппаратуры
на стадии экстракции в процессе деасфальтизации**

Затем на секции деасфальтизации производства КМ-2 в работу был включен дополнительный третий деасфальтизатор, т. е. предварительно разбавленный пропаном гудрон подавался на экстракцию тремя параллельными потоками. Второй деасфальтизатор, как и прежде, был оснащен инжекционной системой подачи реагентов.

Для оценки эффективности внедренного способа интенсификации процесса экстракции в новых условиях были сопоставлены показатели работы секции деасфальтизации при отключенной системе инжекционной подачи и после включения ее во втором деасфальтизаторе. Результаты сведены в таблицы 1.1, 1.2 [20].

Таблица 1.1

**Параметры технологического режима секции деасфальтизации производства КМ-2
и показатели процесса до и после включения инжекционной системы
во втором деасфальтизаторе**

<i>Показатели</i>	До включения инжекторов	После включения инжекторов	Разность величин параметров или показателей
Общая загрузка деасфальтизаторов по сырью, т/ч	52	52	—
Общий расход пропана на все деасфальтизаторы, м ³ /ч	285	284	–1 м ³ /ч
Выход деасфальтизата, % мас.	19,8	21,5	+1,7 % мас.
Показатели качества деасфальтизата: – коксуемость, % мас.; – коэффициент рефракции; – цвет	1,1 1,4992 6,5	0,94 1,4972 6,0	

Как видно из табл. 1.1, при одинаковой загрузке секции по сырью и практически равной общей кратности пропана, выход деасфальтизата по трем экстракторам вырос в среднем на 1,7 % мас. при повышении его качества. Причем повышение суточного отбора было отмечено непосредственно с момента включения инжекторов во втором деасфальтизаторе (в дальнейшем, для краткости, с начала инжекционной подачи).

После пересчета роста отбора деасфальтизата на 1,7 % мас. по всей секции на один деасфальтизатор (табл. 1.2), в соответствии с загрузкой каждого из них, было установлено следующее. При практически идентичных условиях

проведения процесса (температуре в экстракторе, кратности пропана к сырью) после включения инжекторов, расчетный выход деасфальтизата во втором деасфальтизаторе составил 26,9 % мас., вместо 19,8 % мас., принятых за базу, т. е. выше на 7,1 % мас. в расчете на сырье (см. табл. 1.2).

Таблица 1.2

Параметры технологического режима и показатели процесса деасфальтизации во втором деасфальтизаторе до и после включения инжекционной системы

Показатели	До включения инжекторов	После включения инжекторов
Подача пропана в деасфальтизатор, м ³ /ч: – на разбавление сырья; – в пропановый маточник; – в пропановый инжектор. Всего:	28,7 79,7 6 114,4	27,2 80,8 6 114,0
Количество сырьевого потока с учетом предварительного разбавления пропаном, м ³ /ч	34,0	30,6
Температура в деасфальтизаторе, °С: – верх; – низ	73 54	73 54
Расчетная загрузка экстрактора по сырью, т/ч	16,7	15,6
Расчетный выход деасфальтизата, % мас.	19,8	26,9
Количество деасфальтизата, полученного в экстракторе, т/ч	$16,7 \text{ т/ч} \times 0,198 = 3,3 \text{ т/ч}$	$15,6 \text{ т/ч} \times 0,269 = 4,2 \text{ т/ч}$
Прирост выхода деасфальтизата в расчете на загрузку всех экстракторов, % мас.		$(4,2 - 3,3) / 52 \times 100 \% = 1,7 \% \text{ мас.}$

Когда этот прирост отбора, выраженный в массовом выражении (0,9 т/ч) пересчитывается на загрузку по сырью всех трех деасфальтизаторов, получается та же величина повышения отбора деасфальтизата, что зафиксирована для всех колонн – 1,7 % мас. (см. табл. 1.1).

На следующей стадии переработки полученного деасфальтизата – селективной очистке N-метилпирролидоном – было зарегистрировано увеличение выхода рафината в среднем на 4 % мас. при повышении его качества.

Улучшение качества деасфальтизата и рафината (наряду с ростом их отбора) может быть объяснено повышением селективности процесса экстракции целевых компонентов из сырья в процессе деасфальтизации. Повышение степени диспергирования сырья в процессе инжекционной подачи и создание циркуляции

потока в зоне установки инжекторов приводит к более полному извлечению целевых компонентов – парафинонафтовых углеводородов, легкой и средней ароматики. Перейдя в раствор пропана в большей степени, чем в обычном процессе, эти компоненты насыщают его. Т. е. обогащенный этими компонентами раствор деасфальтизата переходит в стадию равновесия с коагулятом, в котором, в этом случае, в большей степени удерживается полициклическая ароматика и асфальто-смолистые компоненты.

Очевидно, что оснащение остальных двух деасфальтизаторов инъекционными системами соответствующим образом повысит технико-экономическую эффективность производства в целом.

Следует также отметить, что рост выхода, следовательно, и количества деасфальтизата в конечном итоге сопровождается повышением выработки не только ценного остаточного масла, но и церезина, получение которого освоено в последнее время в процессе депарафинизации – обезмасливания остаточного рафината, что делает экономическую эффективность усовершенствования процесса еще более значимой.

1.2. Интенсификация процесса деасфальтизации за счет внедрения энергосберегающих технологий регенерации пропана из растворов деасфальтизата и асфальта

На установках деасфальтизации производства масел основной причиной, препятствующей возможности повышения производительности по гудрону при сохранении требуемой кратности пропана к сырью, как правило, является низкая энергоэффективность существующих технологий регенерации пропана из раствора деасфальтизата и асфальтового потока. Эта же причина приводит к вынужденному сезонному сокращению кратности пропана к сырью и (или) снижению загрузки по гудрону в тёплые сезоны года.

Внедрение новых технологий и аппаратурного оформления для их осуществления [21, 137, 138, 139] позволяет повысить эффективность работы установок по следующему ряду направлений в зависимости от поставленной задачи:

- снижение удельного и общего энергопотребления;
- при необходимости повышение производительности установки по сырью при сохранении требуемой кратности пропана (неизменном отборе деасфальтизата) без повышения энергопотребления;
- возможность увеличения отбора (и выработки) деасфальтизата за счёт регулирования кратности пропана к сырью без увеличения производительности по гудрону и повышения энергопотребления;

- предотвращение вынужденного сезонного сокращения кратности пропана и (или) снижения производительности установки, приводящего к понижению выработки деасфальтизата.

Предлагаемые энергосберегающие технологии обеспечивают решение поставленных задач за счёт совершенствования процесса регенерации пропана из раствора деасфальтизата и асфальтового потока.

При регенерации из раствора деасфальтизата ключевым моментом рассматриваемой технологии является использование тепла испарения части пропана из раствора деасфальтизата, полученного при понижении давления перед второй ступенью регенерации, для конденсации паров пропана, испарившегося на первой ступени регенерации при более высоком давлении.

Полная или частичная конденсация испарившегося пропана и испарение части пропана из раствора деасфальтизата происходит в пародистиллятном теплообменнике.

Обеспечивается снижение нагрузок на блок нагрева раствора деасфальтизата и испарения из него пропана и блок конденсации и охлаждения растворителя [21, 138].

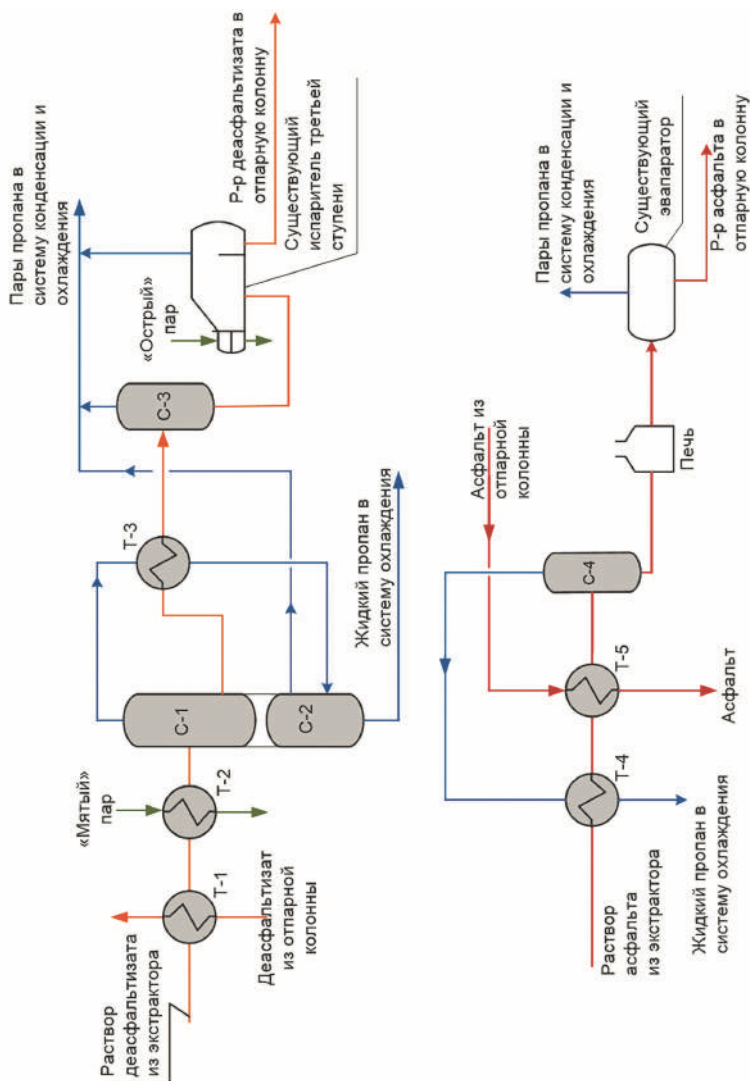
При регенерации из асфальтового потока предусматривается его предварительный нагрев и сепарация части пропана при относительно низкой температуре и высоком давлении. При этом тепло конденсации испарившегося на этой ступени пропана используется для предварительного нагрева асфальтового раствора, поступающего из экстракционной колонны.

Асфальтовый поток, полученный в сепараторе первой ступени после отделения части пропана, перешедшего в паровую фазу, направляется в печь (или теплообменник нагрева циркулирующим через змеевик печи теплоносителем – при применении промежуточного теплоносителя) [137, 138].

Разработанные технические решения экономичны, просты в реализации с точки зрения аппаратного оформления, предполагают максимально возможное использование существующего оборудования, надёжны и безопасны в эксплуатации.

Эффективность внедрения предлагаемой технологии повышается за счёт оптимизации схемы использования тепла потоков готовой продукции – деасфальтизата и асфальта – при применении соответствующего оборудования. Сокращение энергозатрат обеспечивается как за счёт снижения количества подводимого тепла для нагрева потоков и испарения пропана, так и снижения нагрузки на блок конденсации и охлаждения растворителя.

Принципиальная схема внедрения разработанной технологии регенерации пропана из растворов деасфальтизата и асфальта показана на рис. 1.7.



В рассматриваемой схеме внешними теплоносителями для подогрева потоков и испарения пропана являются: водяной пар для раствора деасфальтизата и сжигаемое в печи топливо для асфальтового раствора.

Конденсация и охлаждение пропана осуществляется в аппаратах воздушного охлаждения и водяных холодильниках. Указанное оборудование, также как и отпарные колонны, на схеме не показано.

Технология реализуема в схемах, где применяется единый промежуточный теплоноситель, циркулирующий через печь.

Вновь устанавливаемое оборудование выделено серым цветом. Возможность применения существующего оборудования определяется при детальной разработке технологического процесса.

Раствор деасфальтизата из экстрактора поступает в межтрубное пространство кожухотрубчатого теплообменника Т-1, где происходит его предварительный нагрев потоком деасфальтизата, поступающим из отпарной колонны.

Охлаждённый деасфальтизат отводится с установки. Раствор деасфальтизата из теплообменника Т-1 подаётся в межтрубное пространство подогревателя Т-2, где нагревается «мятым» водяным паром.

Парожидкий поток из подогревателя Т-2 попадает в испаритель-сепаратор первой ступени регенерации С-1, где происходит испарение и отделение части пропана. Раствор деасфальтизата из нижней части испарителя-сепаратора С-1 после снижения давления охлаждается за счёт испарения части содержащегося в нем пропана. Это создаёт разность температур, необходимую для теплообмена с потоком части испарившегося пропана (отводимого из верха испарителя-сепаратора С-1), осуществляемого в пародистиллятном теплообменнике Т-3.

Охлаждённый и сконденсированный пропан из межтрубного пространства теплообменника Т-3 поступает в испаритель-сепаратор С-2, давление в котором устанавливается равным давлению в испарителе-сепараторе С-1 за вычетом потери напора в трубопроводах и теплообменнике Т-3.

Раствор деасфальтизата из нижней части испарителя-сепаратора С-1, перешедший при снижении давления в парожидкое состояние, подаётся в трубное пространство теплообменника Т-3, где происходит его нагрев с сопутствующим дополнительным испарением пропана.

Рассчитаны параметры технологического режима, при котором весь испарившийся в испарителе-сепараторе С-1 пропан после охлаждения в Т-3 переходит в жидкую фазу.

Поток раствора деасфальтизата из Т-3 подаётся в испаритель-сепаратор С-3, где происходит отделение перешедшей в паровую фазу части пропана, поступающего в систему конденсации и охлаждения.

Поток деасфальтизата с неиспарившимся пропаном из кубовой части испарителя-сепаратора С-3 направляется в существующий испаритель третьей ступени. В трубное пространство этого испарителя подаётся «острый» водяной пар, жидкий поток из него поступает в отпарную колонну, режим работы которой остаётся без изменения.

Асфальтовый поток из кубовой части экстрактора подаётся в трубное пространство теплообменника Т-4, где происходит его предварительный нагрев конденсирующимся пропаном, отводимым из испарителя-сепаратора С-4 первой ступени регенерации из раствора асфальта.

Затем асфальтовый поток поступает в межтрубное пространство теплообменника Т-5, где нагревается потоком асфальта из отпарной колонны. Охлаждённый в трубном пространстве Т-5 асфальт отводится с установки.

Раствор асфальта после Т-5 попадает в испаритель-сепаратор С-4 первой ступени регенерации из раствора асфальта. Пары пропана из С-4, охлажденные и полностью сконденсированные в теплообменнике Т-4, после соответствующего снижения давления направляются в существующую систему охлаждения. Асфальтовый раствор из нижней части С-4 направляется в печь, после нагрева в которой поступает в существующий эвапоратор.

Из эвапоратора асфальтовый раствор после снижения давления поступает в отпарную колонну, режим работы которой остаётся неизменным. Пары пропана из эвапоратора направляются в систему конденсации и охлаждения.

Нагрев раствора асфальта производится в теплообменниках повышенной эффективности Т-4, Т-5, прошедших промышленную апробацию в течение продолжительного времени при работе на идентичных средах. Для этих теплообменников характерны как высокая эффективность теплопередачи, так и отсутствие закоксовывания трубного и межтрубного пространства при работе на таких сложных средах, что обеспечивается их конструктивными особенностями.

Основные решения рассмотренной технологии были реализованы на секции деасфальтизации производства масел КМ-2 ПАО «Славнефть-Ярославнефтеоргсинтез» с учётом особенностей существовавшей технологической схемы. В процессе регенерации применяется единый промежуточный теплоноситель, циркулирующий через печь.

Следует отметить, что на блоке регенерации из раствора асфальта на указанном производстве была внедрена схема [140], отличающаяся от более эффективной [137,138], приведённой в настоящей работе (см. рис. 1.7).

При сравнении энергозатрат до и после модернизации секции деасфальтизации КМ-2 видно, что их снижение составило.

По блоку регенерации пропана из раствора деасфальтизата (табл. 1.3):

- на нагрев раствора деасфальтизата – 37 %,
- на охлаждение и конденсацию пропана – 28 %.

По блоку регенерации пропана из раствора асфальта (табл. 1.4):

- на нагрев раствора асфальта – 36 %;
- на охлаждение и конденсацию пропана – 45 %.

Таблица 1.3

**Сравнение энергетических затрат по блоку регенерации пропана
из раствора деасфальтизата до и после его модернизации**

Показатели	Модернизация		Экономия
	до	после	
Затраты на испарение и нагрев, Гкал/ч, в том числе:	6,745	4,236	2,509 (37 %)
– перед 1-й ступенью	3,373	3,300	–
– перед 2-й ступенью	3,372	0	–
– перед 3-й ступенью	–	0,936	–
Снижение затрат на нагрев в пересчёте на условное топливо, кг у.т./ч			335
Затраты на охлаждение и конденсацию пропана, Гкал/ч	8,378	6,026	2,352 (28 %)
Снижение затрат на охлаждение и конденсацию:			
– потребляемой мощности приводов аппаратов воздушного охлаждения, кВт			130
– расхода оборотной воды на водяные холодильники, м ³ /ч			110

Таблица 1.4

**Сравнение энергетических затрат по блоку регенерации пропана
из раствора асфальта до и после его модернизации**

Показатели	Модернизация		Экономия
	до	после	
Затраты на испарение и нагрев, Гкал/ч, в том числе:	6,41	4,13	2,28 (36 %)
– в теплообменниках	1,24	4,13	–
– в печи	5,17	–	–
Снижение затрат на нагрев в пересчёте на условное топливо, кг у.т./ч			304
Затраты на охлаждение и конденсацию пропана, Гкал/ч	3,60	1,97	1,63 (45 %)
Снижение затрат на охлаждение и конденсацию:			
– потребляемой мощности приводов аппаратов воздушного охлаждения, кВт			90
– расхода оборотной воды на водяные холодильники, м ³ /ч			70

Таким образом, в результате модернизации секции деасфальтизации появилась возможность повышения производительности секции по гудрону и улучшения показателей процесса за счёт увеличения кратности «пропан : гудрон», что позволило повысить выработку остаточного базового компонента на 25 %.

Производительность установки по сырью была увеличена с 40 до стабильного значения 52 т/ч при двух параллельно включённых деасфальтизаторах и объёмной кратности пропана к сырью – 6 : 1 без необходимости сезонного снижения этого показателя.

В качестве примера приведены расчётные показатели внедрения рассмотренной выше (принципиальная схема на рис. 1.7) модернизированной энерго-сберегающей технологии регенерации пропана [137, 138] в процессе деасфальтизации гудрона применительно к типовой установке деасфальтизации.

Расчёты эффективности внедрения этой технологии были произведены только с учётом сокращения энергопотребления при следующих неизменных условиях существующего процесса:

- производительность установки по гудрону и кратность пропана к сырью;
- отбор (и выработка) деасфальтизата требуемого качества;
- применение водяного пара при регенерации пропана из раствора деасфальтизата, печной нагрев раствора асфальта.

Расчёт выполнен для производительности по сырью 30 т/ч при общей объёмной кратности пропана к сырью 5 : 1.

Результаты расчётов приведены ниже.

Снижение потребления водяного пара:

- удельное потребление пара в расчёте на 1 т сырья снизится на 42 %.

Сокращение расхода топлива:

- расчёты показали, что сочетание использования теплоты конденсации пропана в теплообменнике Т-4 наряду с извлечением этого потока из сепаратора С-4 – снижением количества раствора асфальта, поступающего в печь, существенно сократит расчётную тепловую нагрузку печи. С учётом КПД печи (0,86) расход топлива снизится на 39 %.

Сокращение энергозатрат на охлаждение и конденсацию пропана:

- снижение энергопотребления обеспечивается включением в схему пародистиллятных теплообменников Т-3 и Т-4, где происходит охлаждение и конденсация парового потока за счёт частичного испарения пропана из более холодных потоков раствора деасфальтизата и асфальта.

Тепловая нагрузка в отделении конденсации и охлаждения сократится на 33 %, электроэнергии – на 16 % за счёт отключения части электрооборудования.

Возможность частичного отключения оборудования охлаждения и конденсации обеспечит (кроме снижения расхода электроэнергии) сокращение эксплуатационных расходов на их ремонт и обслуживание.

Кроме этого предусматривается снижение выбросов и сбросов ввиду сокращения потребления водяного пара, топлива и оборотной воды.

В табл. 1.5 приведено количество и тип вновь оборудования.

Таблица 1.5

Вновь устанавливаемое оборудование

Позиция на схеме (см. рисунок)	Назначение	Тип оборудования
T-1	Теплообменник для подогрева раствора деасфальтизата – утилизации тепла деасфальтизата	Кожухотрубчатый теплообменник
T-2	Подогреватель раствора деасфальтизата мягтым паром	Кожухотрубчатый теплообменник
T-3	Пародистиллятный теплообменник для конденсации паров пропана – подогрева и испарения пропана из раствора деасфальтизата	Кожухотрубчатый теплообменник
T-4, T-5	Подогреватель раствора асфальта конденсирующимися парами пропана	Кожухотрубчатый теплообменник специальной конструкции
C-1, C-2, C-3, C-4	Испарители – сепараторы пропана	Пустотелые испарители-сепараторы с отбойниками-каплеуловителями
Примечание. Тип, оптимальные параметры оборудования на данной позиции и возможность применения существующего оборудования устанавливаются при разработке проекта технического перевооружения.		

Отключаемое оборудование: два паровых испарителя с паровым пространством; два конденсатора воздушного охлаждения; три водяных кожухотрубчатых холодильника.

Для модернизации установки 36/1-1 ООО «Газпромнефть-СМ» «Омского завода смазочных материалов» («ОЗСМ») был разработан новый блок энергосберегающего оборудования и его привязки к внутриустановочным коммуникациям. Принципиальная схема модернизированного отделения регенерации пропана из раствора деасфальтизата показана на рис. 1.8.

Показатели работы блока регенерации пропана из раствора деасфальтизата до и после модернизации приведены в табл. 1.6.

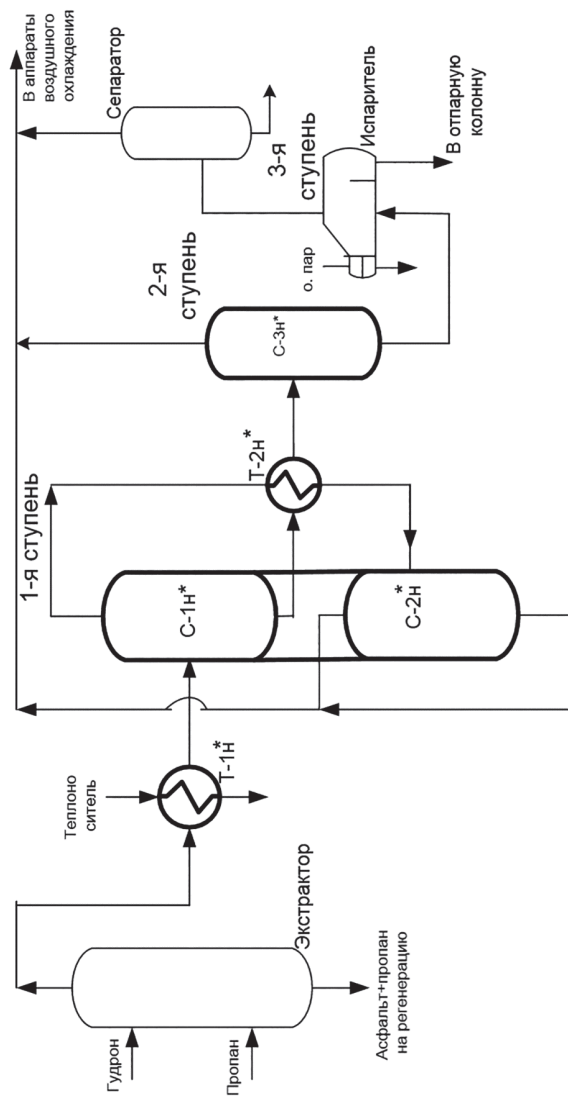


Таблица 1.6

Показатели работы блока регенерации пропана из раствора деасфальтизата

Наименование показателей	Существующая (базовая) технология		После модернизации, показатели круглогодичные	
	Показатели 2, 3 кварталов	Показатели 1, 4 кварталов	Вариант 1	Вариант 2
Производительность по сырью, м ³ /ч	22	24	24	27,6
Объемная кратность пропана к сырью	6 : 1	6 : 1	7 : 1	7 : 1
Выработка деасфальтизата, т, в т. ч.:	57132		65578	75414
– 2, 3 квартал	27324	29808		
– 1, 4 квартал				
Расчетная тепловая нагрузка на нагрев и испарение, Гкал/ч	4,117	4,491	3,068	3,528
Расчетная нагрузка на охлаждение и конденсацию, Гкал/ч	6,72	7,394	5,851	6,779

Предотвращение сезонного сокращения кратности пропана к сырью и снижения загрузки по гудрону, обеспечиваемое модернизацией установки, приводит к дополнительной выработке деасфальтизата – 8446 в год (при суточной производительности по сырью – не менее 550 т) при снижении расхода пара в среднем на 1,236 Гкал/ч – на 28,7 %.

Расчетная нагрузка на охлаждение и конденсацию пропана снизится на 1,206 Гкал/ч – на 17,1 %.

Повышение производительности установки по сырью на 15 % (до 27,6 м³/ч, 630 т/сут) при неизменной кратности 7:1 обеспечит повышение выработки деасфальтизата на 18282 т/год наряду со снижением расхода пара в среднем на 0,776 Гкал/ч – на 18 %. Расчетная нагрузка на охлаждение и конденсацию пропана снизится на 0,278 Гкал/ч – на 4 %.

Нагрузка на отпарные колонны увеличивается незначительно. Т. е. система охлаждения и компримирования пропана низкого давления не будет подвержена перегрузкам.

На основании приведенных в табл. 1.6 данных можно сделать следующие выводы.

При реализации варианта 1

1. В летний период предотвращается вынужденная необходимость сокращения кратности пропана к сырью или уменьшения производительности

установки, обусловленная ограниченными возможностями системы охлаждения и конденсации пропана. Т. е. создаются условия сохранения загрузки установки по сырью и кратности пропана, соответствующие показателям зимнего периода, – предотвращается сезонное снижение выработки деасфальтизата, связанное с понижением производительности по гудрону и сокращением выхода деасфальтизата.

2. Обеспечивается дополнительная выработка деасфальтизата – 8446 в год – при снижении расхода пара в среднем на 1,236 Гкал/ч – 28,7 %. Расчетная нагрузка на охлаждение и конденсацию пропана снизится на 1,206 Гкал/ч – 17,1 %.

При реализации варианта 2

1. Рассчитана возможность повышения производительности установки по гудрону – с 24 до 27,6 м³/ч (на 15 %) при не зависящей от сезона объемной кратности пропана к сырью 7 : 1. Повышение загрузки установки наряду с увеличением выхода деасфальтизата обеспечит повышение его выработки на 18282 т/год. Расход пара снижается в среднем на 0,776 Гкал/ч. Нагрузка на охлаждение и конденсацию пропана снизится на 0,278 Гкал/ч.

2. В сравнении с базовой технологией при росте выработки деасфальтизата обеспечивается снижение энергозатрат на нагрев и испарение пропана на 18 %, на охлаждение и конденсацию – на 4 %.

Расчеты показали, что общие затраты на модернизацию установки 36/1-1 «ОЗСМ» окупаются в течение трех лет.

Технико-экономическая эффективность внедрения описанной выше технологии на конкретном производстве может быть определена после постановки конкретной задачи модернизации и предоставления определенного набора информации о существующей технологии и аппаратурном оформлении установки.

2. ПРИМЕНЕНИЕ СТРУЙНОЙ АППАРАТУРЫ В ПРОЦЕССЕ СЕЛЕКТИВНОЙ ОЧИСТКИ МАСЛЯНОГО СЫРЬЯ ФУРФУРОЛОМ

2.1. Возможности интенсификации работы экстракторов путем внедрения струйной аппаратуры

По литературным данным оснащение вертикального экстракционного аппарата с противоточным движением фаз встроенными инжекторами, через которые осуществляется подача сырья и растворителя, обеспечивает увеличение, по меньшей мере, на две теоретические ступени контакта [22].

Положительный опыт применения струйной аппаратуры в процессе деасфальтизации гудронов пропаном [19, 20] позволил сделать предположение о целесообразности ее применения при селективной очистке масляного сырья. Несмотря на специфику процесса деасфальтизации остаточного сырья жидким пропаном (в силу ряда особенностей этого растворителя) существует ряд общих закономерностей, объединяющих его с процессами жидкостной экстракции.

С точки зрения гидродинамической стабильности работы экстрактора при применении струйной аппаратуры одним из основных условий является отсутствие образования стойких эмульсий сырья с экстрагентом. Именно это условие позволяет применять в процессах фурфурольной очистки экстракторы со столь интенсивным перемешиванием фаз, каковыми являются роторно-дисковые контакторы (РДК).

К сожалению, ряд недостатков, присущих РДК (сложность конструкции и эксплуатации аппаратов этого типа, наличие проблем с закоксовыванием внутренних полостей при использовании такого специфичного растворителя как фурфурол), привели к ограниченному применению этого оборудования.

Практика использования струйной аппаратуры в процессе очистки остаточного сырья пропаном (простота аппаратного оформления наряду со значительным повышением эффективности процесса экстракции) создала благоприятные предпосылки для ее внедрения в процесс селективной очистки масляных фракций фурфуролом. При этом возможность сопутствующего упрощения контактных устройств в экстракционной колонне позволяет избежать проблем с образованием коксовых отложений.

Отсутствие образования стойких эмульсий фурфурола с сырьем предотвращает нарушение стабильной работы колонны.

2.2. Схема установки инжекционной аппаратуры в схеме обвязки экстракционной колонны

Разработанная технология экстракции фурфуролом, основанная на применении струйной аппаратуры внедрена на установке Г-37-1 производства масел АО «Укртатнафта» (г. Кременчуг, Украина).

Отделение экстракции включает две параллельно подключенные экстракционные колонны.

Принципиальная схема обвязки колонн приведена на рис. 2.1.

Конструкция колонны, на которой в последствии была внедрена инжекционная система подачи сырья и растворителя (К-3а), и технологическая схема позволяют подавать сырье и растворитель в две пары трубчатых распределителей.

«Псевдорафинат» (рис. 2.1), представляющий собой верхний продукт отстоя предварительно охлажденного в теплообменнике 2 раствора экстракта, уходящего с низа колонны 1, подается из емкости 3 на смешение с сырьем.

Колонна диаметром 2800 мм оснащена тремя слоями пластинчатой Z-образной перфорированной насадки.

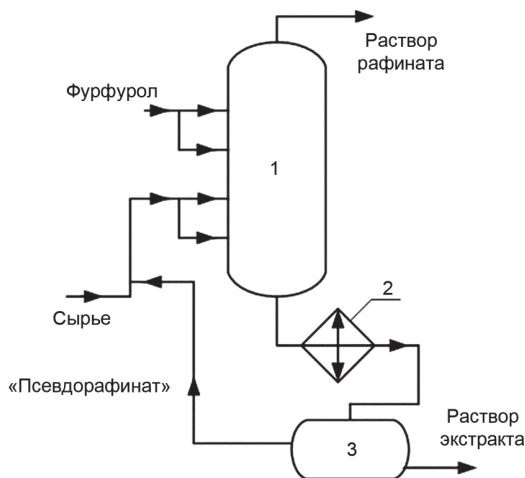


Рис. 2.1. Принципиальная схема обвязки экстрактора:

1 – экстрактор; 2 – теплообменник; 3 – емкость отстоя «псевдорафината»

Основные свойства сырья, перерабатываемого на установке Г-37-1 на момент внедрения системы инъекционной подачи, приведены в табл. 2.1.

Таблица 2.1

Свойства сырья, перерабатываемого на установке Г-37-1

Показатели	Вакуумный дистиллят	
	Фр. 350–420 °С	Фр. 420–500 °С
Вязкость кинематическая, мм ² /с		
– при 100 °С	4,27	10,38
– при 40 °С	25,16	109,99
Индекс вязкости	51	68
Показатель преломления при 50 °С, n_d^{50}	1,4905	1,5005
Плотность при 50 °С, кг/м ³	880	897
Содержание серы, % мас.	1,4	1,59
Содержание твердых парафинов, % мас.	10,2	9,9
Температура плавления, °С	24,5	38,5

Основные показатели технологического режима работы экстрактора К-3а приведены в табл. 2.2.

Таблица 2.2

**Основные показатели технологического режима работы колонны
при переработке дистиллятов фр. 350–420 и 420–500 °С**

Показатели	Величина показателей* при переработке рафината	
	350–420 °С	420–500 °С
Расход сырья, м ³ /ч	25–35	25–35
Объемная кратность растворителя к сырью	(1,0–2,0):1	(2,0–3,0):1
Температура на входе в колонну, °С		
– сырья	45–60	
– растворителя	100–140	
Температура в колонне, °С		
– верх	85–110	95–120
– низ	70–90	70–100
Давление в колонне, кгс/см ²	До 0,3	До 0,3
Примечание. * Указаны предельные значения.		

Схема обвязки экстрактора К-3а после внедрения системы инъекционной подачи сырья и растворителя показана на рис. 2.2.

Такая обвязка позволяет инъекционной системе работать в различных режимах: подача всех потоков сырья и растворителя через инжекторы; частичная подача этих потоков через инжекторы с поступлением балансового количества реагентов через регулирующие клапаны. Забор смеси производится из нижележащих маточников с последующей ее подачей вместе с потоком сырья или растворителя в вышележащие распределители.

Это обеспечивает возможность поиска оптимального режима работы колонны в широких пределах.

Максимальное количество инжектируемой смеси определяется расходом рабочего потока, его давлением и геометрическими параметрами инжектора, задающими коэффициент инжекции. В свою очередь, требуемое давление рабочего (инжектирующего) потока зависит от гидравлического сопротивления линии, подводящей поток из экстрактора к инжектору, и напорной линии – от инжектора к аппарату.

Внешняя установка инжекторов подачи сырья и растворителя позволяет (при наличии байпасных линий) при необходимости производить замену их

элементов с целью изменения гидродинамических характеристик инжекторов без остановки экстрактора.

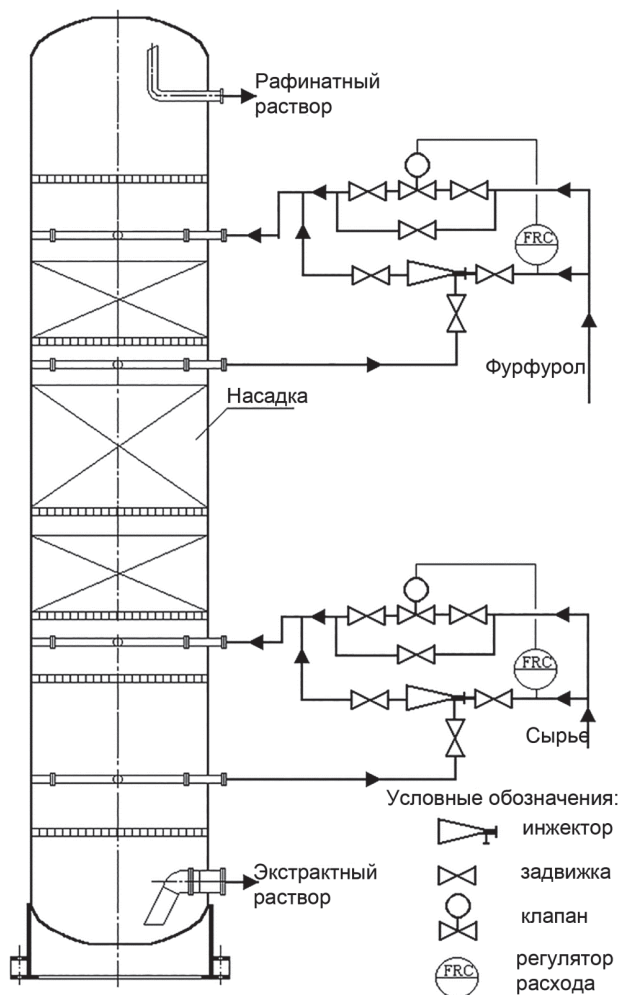


Рис. 2.2. Схема экстракционной колонны

Предложенный способ подачи сырья и растворителя обеспечивает не только интенсивное перемешивание с неравновесными потоками в соответствующих зонах аппарата, распределение образующихся смесей по его сечению, но и создание локальных контуров циркуляции потоков между зонами с разной концентрацией компонентов сырья и используемого растворителя. Дальнейшее движение потоков обусловлено разностью их плотностей.

Развитие поверхности контакта фаз и интенсификация массообмена между ними позволяет приблизить сырье и растворитель, поступающие в аппарат к состоянию равновесия с потоками, движущимися в соответствующих зонах колонны. При этом происходит более полное извлечение нежелательных компонентов из сырья уже на стадии его подачи в аппарат и дополнительное извлечение этих компонентов из потока, контактирующего с растворителем в верхней части колонны наряду со снижением потерь целевых масляных компонентов с раствором экстракта. Т. е. создаются условия для повышения селективности процесса и увеличения выхода целевых компонентов (повышения выхода рафината при заданном его качестве) наряду со снижением кратности растворителя к сырию – уменьшением энергоемкости процесса.

2.3. Основы гидравлического расчета системы инъекционной подачи сырья и растворителя

Гидравлические расчеты инъекционных блоков с учетом потери напора во всасывающих и нагнетающих трубопроводах выполнены по исходным данным, приведенным в табл. 2.3, с учетом рабочего давления в экстракторе, размеров колонны и геометрических параметров подводящих трубопроводов.

Таблица 2.3

Исходные данные для расчета инжекторов подачи сырья и растворителя при переработке дистиллятов фр. 350–420 и 420–500 °С

Показатели	Величина показателей			
	Инжекционный блок сырья		Инжекционный блок растворителя	
	Мин. значение	Макс. значение	Мин. значение	Макс. значение
Расход рабочего потока на входе в инжектор, м ³ /ч: сырье + раствор вторичного рафината растворитель	5	40	30	120
Расход потока, поступающего в колонну через клапан, минуя инжектор, м ³ /ч сырье + раствор вторичного рафината растворитель	0	40	0	90
Температура рабочего потока на входе в инжекторы, °С сырье + раствор вторичного рафината растворитель	45	60	100	140

Показатели	Величина показателей			
	Инжекционный блок сырья		Инжекционный блок растворителя	
	Мин. значение	Макс. значение	Мин. значение	Макс. значение
Температура среды, поступающей в инжекторы – среды, эжектируемой из экстракционной колонны, °С	70	100	85	120
Давление в колонне, кгс/см ²	До 0,3		До 0,3	

Принятые обозначения гидродинамических параметров инжекционных систем и геометрических размеров инжекторов (рис. 2.3) приведены в табл. 2.4.

Таблица 2.4

Принятые обозначения гидродинамических параметров инжекционных систем и геометрических размеров инжекторов

Обозначение	Наименование параметра	
	Для сырьевого инжектора	Для инжектора подачи фурфурола
P_p, V_p	Давление и объемный расход рабочего (инжектирующего) потока – сырья на входе в инжектор	Давление и объемный расход рабочего (инжектирующего) потока – фурфурола на входе в инжектор
P_n, V_n	Давление и объемный расход инжектируемого потока – смеси из экстрактора – на входе в инжектор	Давление и объемный расход инжектируемого потока – смеси из экстрактора – на входе в инжектор
P_c, V_c	Давление и объемный расход потока на выходе из диффузора	Давление и объемный расход потока на выходе из диффузора
d_p	Диаметр сопла	
d_3	Диаметр камеры смешения	
d_c	Диаметр диффузора	
L	Расстояние от сопла до камеры смешения	
L_k	Длина камеры смешения	
L_d	Длина диффузора	
$U_o = V_n/V_p$	Объемный коэффициент инжекции	
$\Delta P_p = P_p - P_n$	Гидродинамические параметры инжектора	
$\Delta P_c = P_c - P_n$	Гидродинамические параметры инжектора	

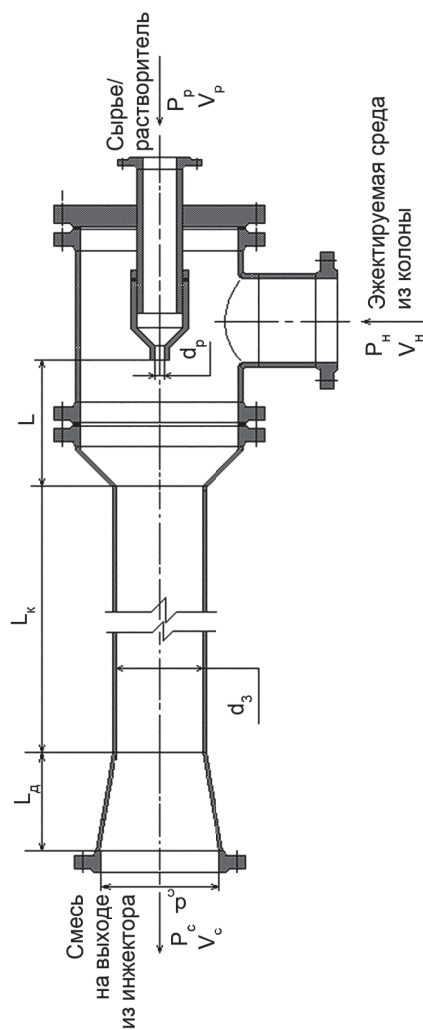


Рис. 2.3. Схема инжекторов с обозначением основных геометрических и технологических параметров:

P_p, P_n, P_c – давление рабочего потока, инжектируемой смеси, смеси на выходе из диффузора;
 V_p, V_n, V_c – объемный расход рабочего потока, инжектируемой смеси, смеси на выходе из диффузора;
 d_p, d_3, d_c – длина сопла, камеры смешения, диффузора;

L_K, L_D, L – длина камеры смешения, диффузора, расстояние от сопла до камеры смешения

Результаты гидравлических расчетов сведены к зависимости давления перед инжектором от расхода рабочей жидкости (сырьевого потока или растворителя), поступающей в сопло инжектора (рис. 2.4, 2.5) при достижении параметров, указанных в табл. 2.5.

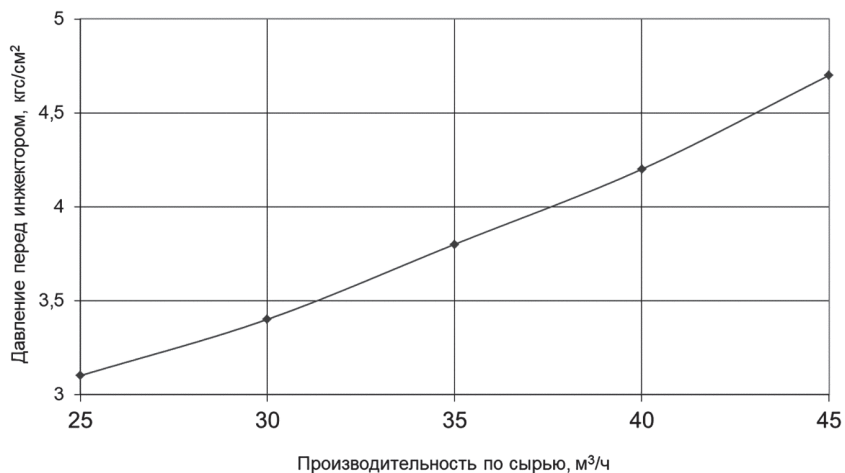


Рис. 2.4. Зависимость давления перед инжектором от производительности колонны по сырью

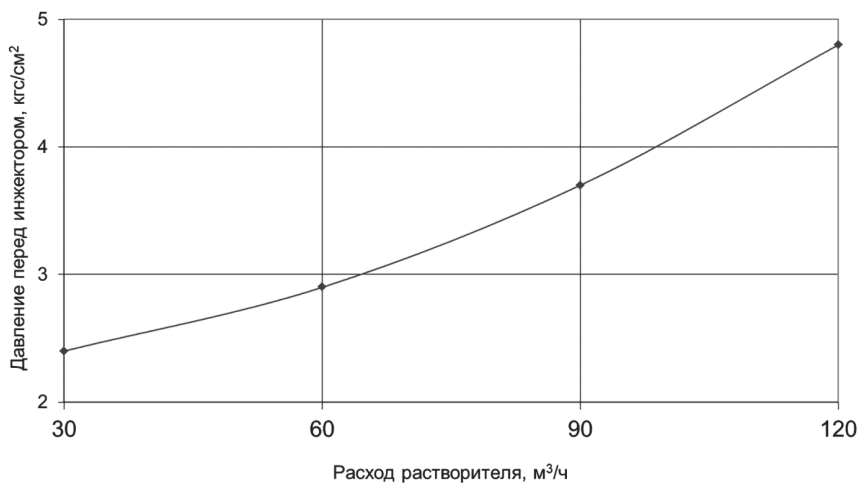


Рис. 2.5. Зависимость давления перед инжектором от расхода растворителя

Основные гидродинамические параметры работы инжекторов

Параметры (см. табл. 2.4)	Показатели для инжекторов	
	сырьевого	растворителя
Развиваемый коэффициент инъекции:		
U – массовый	1,8	0,80
U_0 – объемный	1,6	0,84
Максимальные значения:		
$\Delta P_c / \Delta P_p$, кгс/см ²	0,18/2,40	0,55/2,70
P_p , кгс/см ²	4,7	4,8
Максимальный расход смеси из инжектора в колонну, т/ч	113,4	216

2.4. Результаты внедрения струйной аппаратуры в процессе селективной очистки сырья фурфуролом

Технологические показатели

Ниже приведены результаты работы экстрактора при переработке масляного дистиллята фр. 350–420 °С.

В течение рассматриваемого периода нагрузка аппарата по сырью менялась незначительно при попеременном включении инжекторов. Для анализа влияния отдельных факторов на эффективность работы экстрактора весь период разделен на 5 этапов (табл. 2.6). В течение каждого из этапов наблюдалась постоянная (с незначительными колебаниями) производительность аппарата по сырью при определенной комбинации включения инжекторов.

На первом этапе сырье и растворитель подавались в экстрактор по традиционной схеме – каждый поток через две пары маточников, минуя инжекторы.

Для первого, второго и третьего этапов по сравнению с четвертым и пятым характерны более низкие загрузки по сырью, но максимальная разность этих величин не превышает 16 %. При этом на всех этапах нижний предел кратности растворителя к сырью был практически постоянным, а максимальная разность с верхним пределом не превышала 8 %.

Колебания качества сырья были незначительны (табл. 2.6).

Основные результаты обработки полученных данных представлены на рис. 2.6 – 2.9 и табл. 2.7. На рис. 2.6 – 2.9 приведены средние значения показателей за соответствующий этап пробега.

Таблица 2.6

Качество сырья и основные показатели режима работы экстрактора К-3А
во время соответствующих периодов фиксированного пробега

Период работы К-3А (Этапы пробега)	Основные показатели качества сырья		Производительность по сырью, м ³ /ч	Объемная кратность растворителя к сырью	Включение инжекторов	
	Показатель преломления сырья при 50 °С, n_{50}^D	Плотность при 50 °С, г/см ³			Сырьевой инжектор	Инжектор растворителя
1	1,4941–1,4943	0,8853–0,8862	28,0–29,0	2,10–2,20	Откл.	Откл.
2	1,4938–1,4941	0,8840–0,8868	28,0–30,3	1,96–2,10	Вкл.	Откл.
3	1,4936–1,4944	0,8830–0,8856	29,8–30,7	1,99–2,15	Вкл.	Вкл.
4	1,4931–1,4941	0,8815–0,8856	33,2–33,5	1,94–1,97	Вкл.	Вкл.
5	1,4933–1,4936	0,8828–0,8840	33,2–33,4	1,95–2,05	Откл.	Вкл.

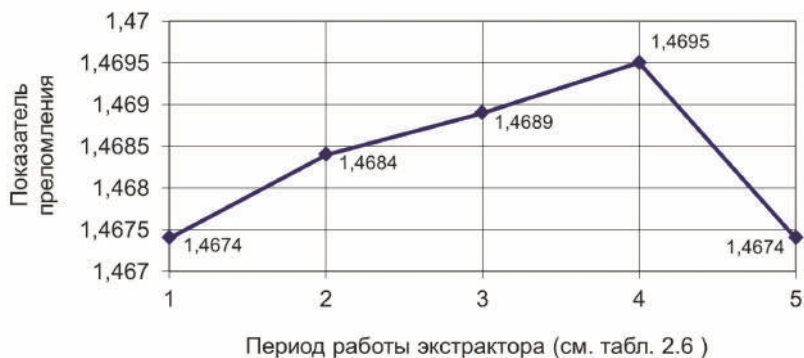


Рис. 2.6. Показатель преломления рафината.
Средние значения за соответствующий период

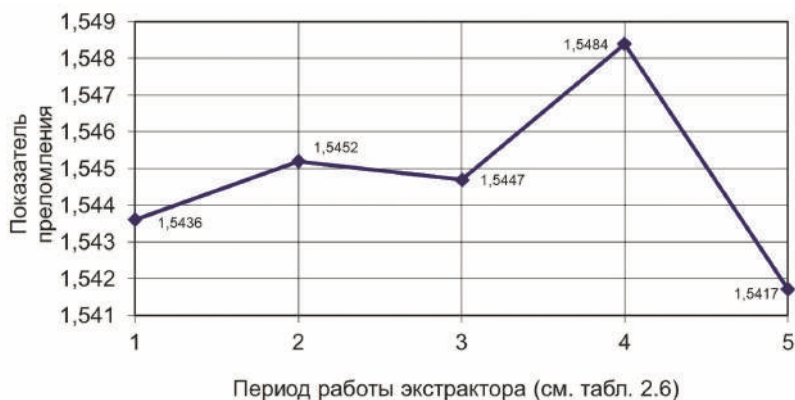


Рис. 2.7. Показатель преломления экстракта.
Средние значения за соответствующий период

При переходе от этапа 1 к этапу 2 – при включении инжектора подачи сырья показатель преломления рафината повысился очень незначительно – на 0,068 % (рис. 2.6). Следует отметить, что как на первом, так и на последующих этапах, показатель преломления рафината не превышал величины, предусмотренной технологическим регламентом – **1,4715**. Также незначительно увеличился показатель преломления экстракта (на 0,1 %) при увеличении выхода рафината на 0,5 % мас. в расчете на сырье (рис. 2.7, 2.8).

При переходе от этапа 2 к этапу 3 – при включении инжектора подачи растворителя (наряду с работающим, как и на 2 этапе сырьевым инжектором)

показатель преломления рафината повысился на 0,34 % (рис. 2.6). Также практически неизменным остался показатель преломления экстракта и выход рафината (рис. 2.7, 2.8).

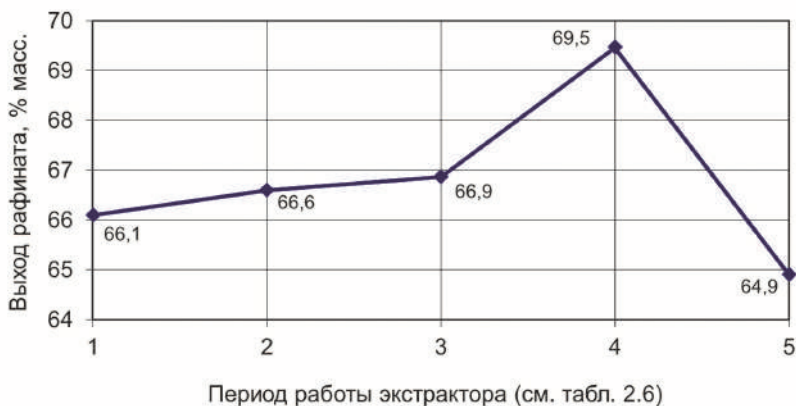


Рис. 2.8. Выход рафината. Средние значения за соответствующий период

При переходе от этапа 3 к этапу 4 (также при включенных инжекторах подачи сырья и растворителя) была повышена загрузка экстрактора по сырью с 29,8–30,7 до 33,2–33,5 м³/ч. Это повлекло за собой незначительное повышение показателя преломления рафината – на 0,4 % по сравнению с 3 этапом.

Т. е. от этапа 1 к этапу 4 повышение этого параметра было равномерным. Однако показатель преломления экстракта существенно повысился – на 0,31 % по сравнению с 1 этапом при росте выхода рафината на 3,4 % (рис. 2.7, 2.8).

При переходе от этапа 4 к этапу 5 (при отключении сырьевого инжектора сырья и включенном инжекторе подачи растворителя) загрузка экстрактора по сырью осталась практически неизменной – 33,2–33,4 м³/ч. При этом показатели преломления рафината и экстракта понизились – на 0,14 и 0,44 % соответственно. Выход рафината также существенно сократился – на 4,6 % (рис. 2.6 – 2.8).

Следует отметить, что выход рафината определялся расчетным путем – по показателям преломления (аддитивной величине) сырья, рафината и экстракта. Также расчетным путем определялись коэффициенты инжекции – по составу потока, эжектируемого из экстрактора, входящего в рабочее сопло инжектора и смеси поступающей из инжектора в аппарат.

Представляют интерес результаты дополнительных исследований – депарафинизация образцов полученных рафинатов с последующим анализом полученных данных.

Образцы рафинатов были подвергнуты депарафинизации с последующим установлением материального баланса и определением показателя преломления депарафинированного масла.

Как видно из рис. 2.8 закономерности изменения выхода депарафинированного масла в расчете на рафинат на этапах 2, 3, 4 аналогичны выходам рафинатов в процессе экстракции. Причем выход депарафинированного масла на 4 этапе по сравнению с 3 выше на 2,7 % мас. (рис. 2.9), что соответствует разнице в выходах рафината на этих этапах – 2,6 % мас. (рис. 2.8).

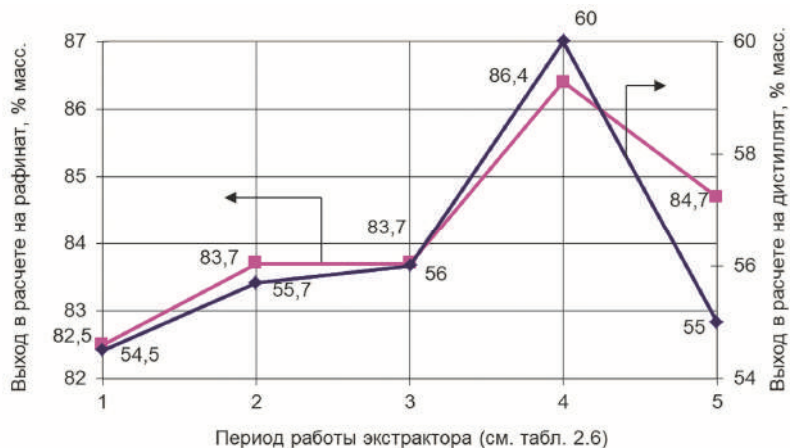


Рис. 2.9. Выход депарафинированного масла в расчете на рафинат и дистиллят. Средние значения за соответствующий период

Более эффективное экстрагирование смол и полициклических ароматических углеводородов, ухудшающих фильтрационные характеристики полученных из рафинатов суспензий, при достаточно высокой селективности процесса на 4 этапе, привели к существенному росту отбора депарафинированного масла.

При сравнении результатов, полученных на этапах 3 и 5 видно, что выход депарафинированного масла в расчете на рафинат повысился на 1 % мас. (рис. 2.9) при том, что выход рафината на 5 этапе снижался практически на 2 % мас. Т. е. более эффективное удаление смол и полициклических ароматических углеводородов (понижение показателя преломления рафината – рис. 2.6) при некотором снижении селективности процесса экстракции на 5 этапе (о чем свидетельствует понижение показателя преломления экстракта на этом этапе – рис. 2.7) скомпенсировало сокращение выхода рафината.

Также был произведен расчет выхода депарафинированного масла в расчете на вакуумный дистиллят.

На 4 этапе выход депарафинированного масла в расчете на дистиллят оказался на 5,5 и 4,3 % мас. выше, чем на 1 и 2 этапах (рис. 2.9) при разнице в выходе рафинатов – 3,4 и 2,9 % мас. (рис. 2.8).

На этапе 5 отбор рафината на 1,2 % ниже, чем на 1 этапе (рис. 2.8), а выход депарафинированного масла в расчете на дистиллят выше на 0,5 % мас. (рис. 2.9).

Наибольшая эффективность работы экстрактора достигается при включении обоих инжекторов при повышенных нагрузках аппарата по сырью. В этом случае интенсификация работы сырьевого инжектора сопровождается повышенным извлечением целевых компонентов из экстрактного раствора. В сочетании с эффективной очисткой в верхней зоне аппарата, достигаемой за счет работы инжектора подачи растворителя, обеспечивается повышение выхода рафината требуемого качества.

Внедрение инжекционной системы подачи сырья и растворителя обеспечивает существенное повышение эффективности последовательных процессов экстракции и депарафинизации при рассмотрении их результатов в совокупности.

Гидродинамические показатели

При рассмотрении гидродинамических параметров работы инжекторов установлено следующее.

Полученные значения потери напора в инжекторах близки к расчетным величинам. На рис. 2.10 сопоставлены эти показатели для сырьевого инжектора. Величины расчетных и действительных коэффициентов инжекции оказались близки (табл. 2.7).

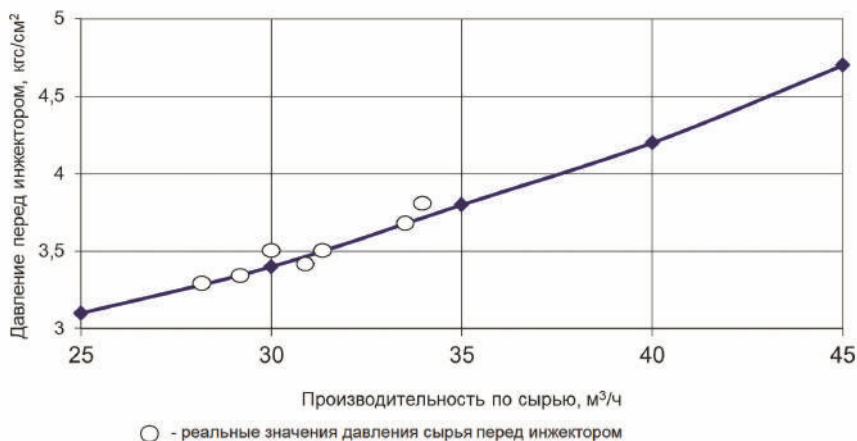


Рис. 2.10. Зависимость давления перед сырьевым инжектором от производительности колонны по сырью. Расчетные и реальные величины

Основные гидродинамические параметры работы инжекторов

Параметры	Показатели для инжекторов	
	сырьевого	растворителя
Развиваемый массовый коэффициент инжекции:		
– расчетный	0,4	0,80
– достигнутые значения	До 0,38	0,62–0,78
Давление сырья и растворителя перед инжекторами, кгс/см ² :		
– расчетные значения	См. рис. 2.9	2,8–3,0*
– реальные величины	См. рис. 2.9	3,2–4,1*
Примечание. * При достигнутых в период пробега пределах загрузки инжектора растворителем – 51–55 м ³ /ч.		

3. ИССЛЕДОВАНИЯ ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ПУЛЬСАЦИОННОЙ АППАРАТУРЫ В ПРОЦЕССЕ СЕЛЕКТИВНОЙ ОЧИСТКИ N-МЕТИЛПИРРОЛИДОМ

3.1. Экспериментальные исследования на пилотной установке

Одним из наиболее перспективных направлений в области применения пульсационной аппаратуры является интенсификация процесса жидкостной экстракции [22, 23]. Многочисленные исследования в лабораторных условиях, на пилотных установках и последующие внедрения пульсационной аппаратуры в промышленных процессах экстракции в различных областях химической технологии показали высокую эффективность применения этого оборудования.

Систематизированные исследования в области внедрения пульсационной аппаратуры в процессах экстракционной очистки селективными растворителями масляных дистиллятов и деасфальтизаторов – сырья для получения базовых масел – ранее не проводились.

Особый интерес представляла возможность внедрения этой аппаратуры при использовании современных экстрагентов, применяемых в масляном производстве.

На первом этапе исследований была создана пилотная установка периодического действия для однократной экстракции, схема которой приведена на рис. 3.1.

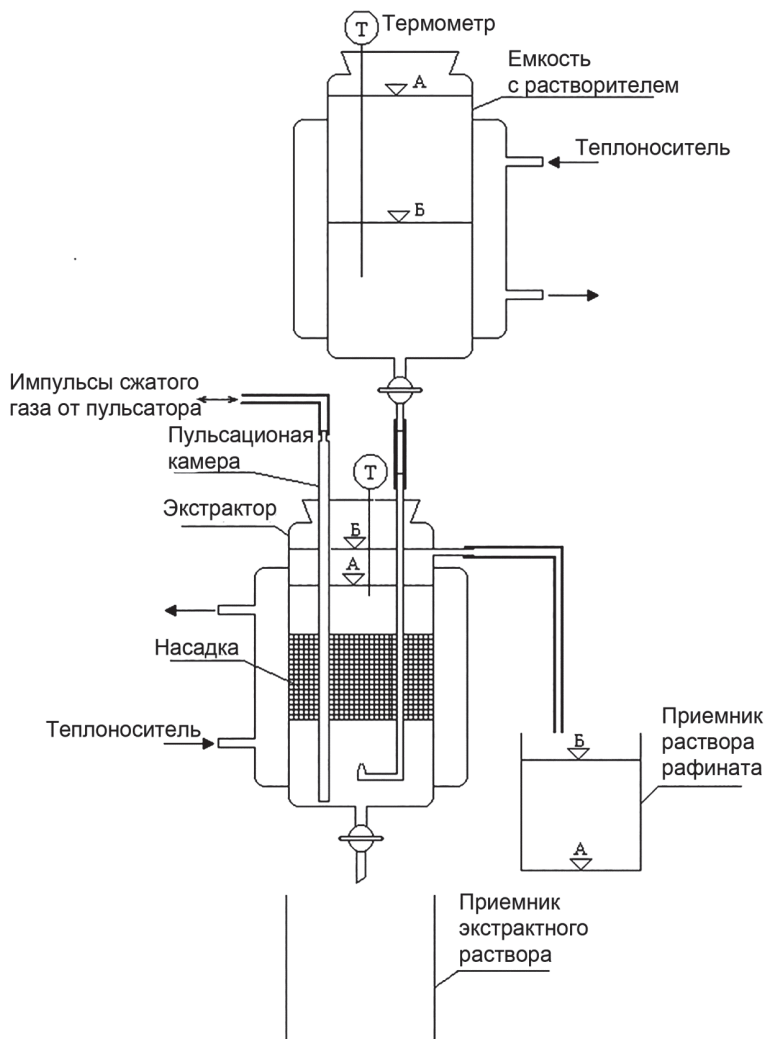


Рис. 3.1. Схема лабораторной установки для исследования эффективности пульсационного воздействия в процессе селективной очистки сырья N-МП:

А, Б – уровни в емкостях в начале и в конце эксперимента

В сырьевую емкость заливали масляный дистиллят (сырье) и разогревали его до требуемой температуры циркулирующим по наружному кожуху горячим теплоносителем, температура которого задавалась в термостате.

В экстрактор заливали подогретый до температуры процесса экстракции растворитель – N-метилпирролидон (N-МП), температура которого также

поддерживалась циркулирующим через внешний кожух и термостат горячим теплоносителем.

Начальный уровень растворителя – на 5–6 см ниже уровня сливного патрубка. Центральная часть экстрактора имела слой насадки в виде стеклянных цилиндров длиной 4–6 мм и диаметром отверстия 3 мм.

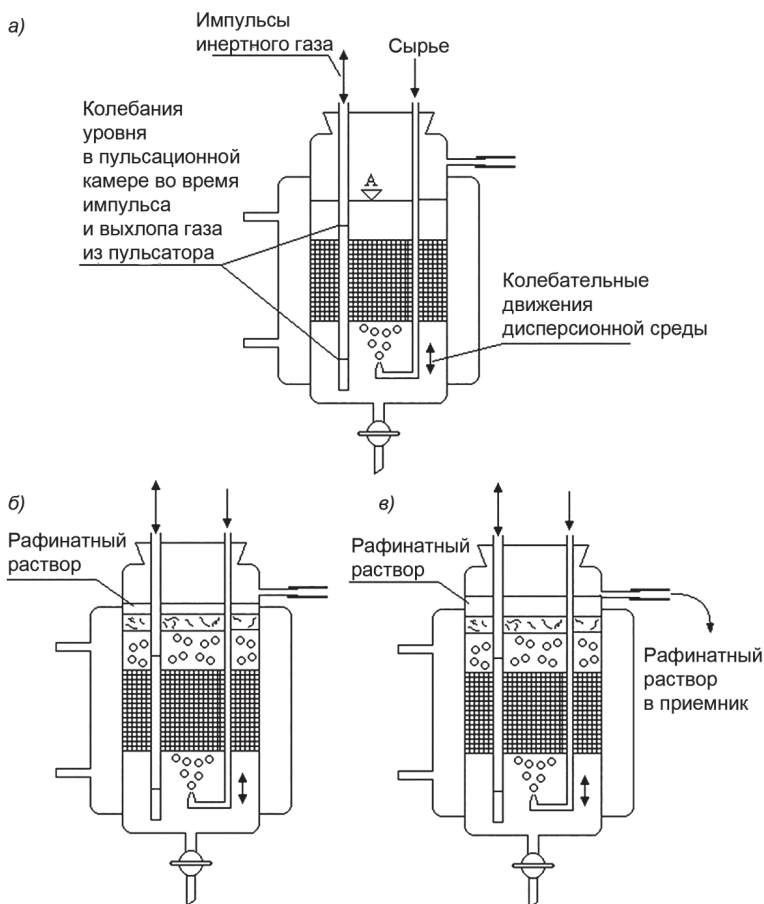


Рис. 3.2. Стадии работы экстрактора:

а – начало подачи сырья; *б* – коалесценция дисперсной фазы и образование слоя рафинатного раствора; *в* – непрерывный отбор рафинатного раствора в приемник

При достижении заданной температуры в сырьевой и рабочей емкости открывали подачу сырья в экстрактор с определенным постоянным расходом. Капли сырья поднимались вверх и проходили через насадку. При контакте сырья с растворителем, происходил процесс массопередачи, при котором растворитель

обогащался полициклическими, бициклическими ароматическими углеводородами и смолами, а в сырьевой фазе повышалась концентрация парафино-нафтеновых и моноциклических ароматических углеводородов. При этом в верхней части рабочей емкости образовывался раздел фаз между растворителем и очищенным сырьем.

По мере накопления рафинатного раствора (раствора очищенного сырья) в верхней части экстрактора он перетекал по сливному патрубку в приемную емкость.

Описанные выше стадии работы экстрактора схематично показаны на рис. 3.2.

После подачи определенного количества сырья (его отношение к количеству залитого в экстрактор растворителя постоянно) подачу его прекращали.

Сливали до уровня раздела фаз в экстракторе растворитель, обогащенный полициклическими, бициклическими ароматическими углеводородами и смолами (экстрактный раствор), через нижний кран в приемную емкость экстрактного раствора. Оставшуюся в экстракторе легкую фазу – раствор рафината – сливали в приемную емкость этого раствора.

После взвешивания полученных растворов и отмывки растворителя горячей водой определяли материальный баланс процесса экстракции.

Для оценки влияния пульсации (и оптимизации ее параметров) на процесс массопередачи опыты проводили по аналогичной схеме при дополнительном создании пульсационного воздействия на смесь в экстракторе. При изменении частоты пульсации и соотношения продолжительности импульса к выхлопу размах колебаний жидкости в пульскамере поддерживали постоянным путем изменения давления инертного газа, подаваемого в пульсатор.

Для проведения исследований использовался масляный дистиллят фр. 330–420 °С, основные физико-химические характеристики которого приведены ниже.

Коэффициент рефракции, n_D^{50}	1,4918
Кинематическая вязкость при 100 °С, сСт	4,75
Плотность, кг/м ³	880
Цвет, единицы ЦНТ	2,5
Содержание и распределение ароматики по числу колец, % мас., в т. ч.:	
– моноциклическая	21,6
– би- и полициклическая	22,94
– бициклическая	18,43
– три- и полициклическая	4,51
– суммарное содержание ароматики	44,54

Содержание и распределение парафинов,

% мас., в т. ч.

– сумма изопарафинов	2,44
– сумма н-парафинов	7,23
– суммарное содержание парафинов	9,67

Качество применяемого N-метилпирролидона соответствовало ТУ 6-02-1049-76:

Содержание, % мас.:

– N-метилпирролидона	99,0
– воды	0,3 до 1,0 %
– бутиролактона	от 0,3 до 0,5

Плотность, кг/м³ (при 20 °С) 1030–1034

Коэффициент рефракции, n_D^{20} 1,465–1,470

На первом этапе исследований была поставлена цель – определить степень влияния пульсационного воздействия на процесс экстракции при различных частотах пульсации и соотношениях продолжительности импульс : выхлоп. Начальный объем растворителя, помещаемого в экстрактор, объем подаваемого из питательной емкости сырья и скорость его подачи были постоянными.

Процесс экстракции проводили при следующих условиях:

– объем растворителя, л	1,5
– объем сырья, л	1,5
– температура экстракции, °С	60
– продолжительность подачи сырья в экстрактор, ч	1

Т. е. объемная кратность растворителя к сырью – 1 : 1, что характерно для селективной очистки средневязких дистиллятов N-метилпирролидоном.

С учетом того, что растворитель, а затем, по мере проведения процесса экстракции, экстрактивный раствор являлся условно неподвижной фазой (при наличии колебательного движения, обусловленного пульсационным воздействием), удельная нагрузка в экстракторе рассчитана по движущейся фазе – сырью. Эта величина составляла 30 м³/(м²·ч) – значение, находящееся в пределах принятых загрузок промышленных насадочных колонн селективной очистки масел.

На рис. 3.3 – 3.6 показаны результаты обработки полученных данных.

При соотношении продолжительности импульс : выхлоп – 30 : 70 % увеличение частоты пульсации с 0,5 до 1,5 с⁻¹ сопровождалось сначала спадом, а потом резким повышением выхода рафината (рис. 3.3). Динамика изменения коэффициента рефракции рафината (рис. 3.4) полностью соответствовала зависимости выхода рафината от частоты пульсации.

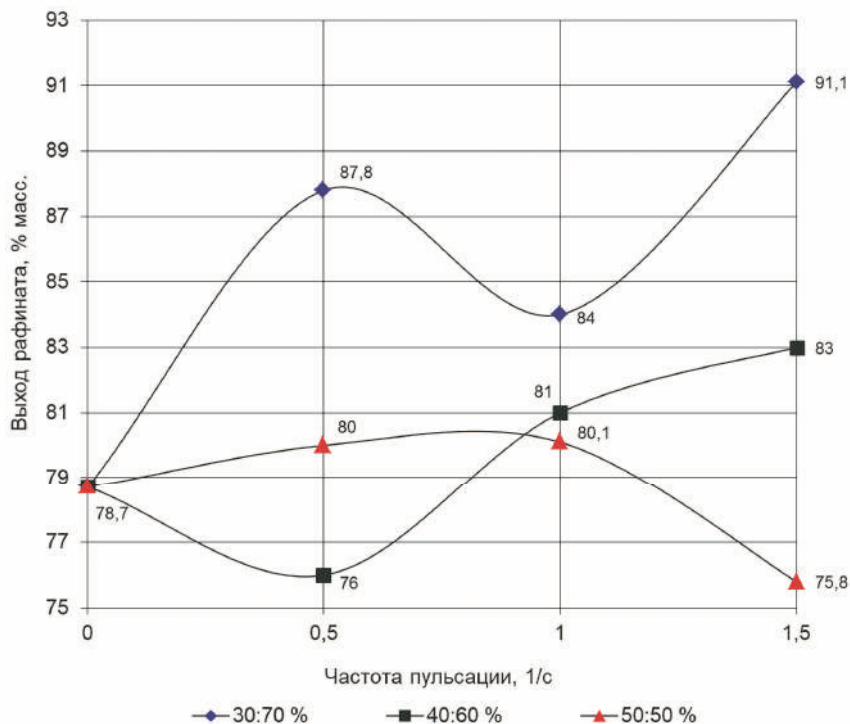


Рис. 3.3. Влияние частоты пульсации на выход рафината при изменении соотношения продолжительности импульс : выхлоп

Экстремумы на графике отбора от потенциального содержания в сырье би- и полициклической ароматики в экстракт (рис. 3.5) совпадали с экстремальными значениями на кривых зависимости отбора рафината и коэффициента рефракции.

Повышение частоты пульсации также сопровождалось ростом перехода в рафинат парафинов и моноциклической ароматики (рис. 3.6).

Т. е. при таком соотношении продолжительности импульса к выхлопу увеличение частоты пульсации до 1 с^{-1} приводило к росту выхода рафината на 5 % мас. по сравнению с экстракцией без пульсационного воздействия (рис. 3.3). При этом наблюдался максимум перехода в экстракт би- и полициклической ароматики (рис. 3.5) при незначительном содержании в нем парафинов и моноциклической ароматики (рис. 3.6). За счет этого достигался максимум отбора рафината с рефракцией, аналогичной экстракции без пульсации (рис. 3.3, 3.4).

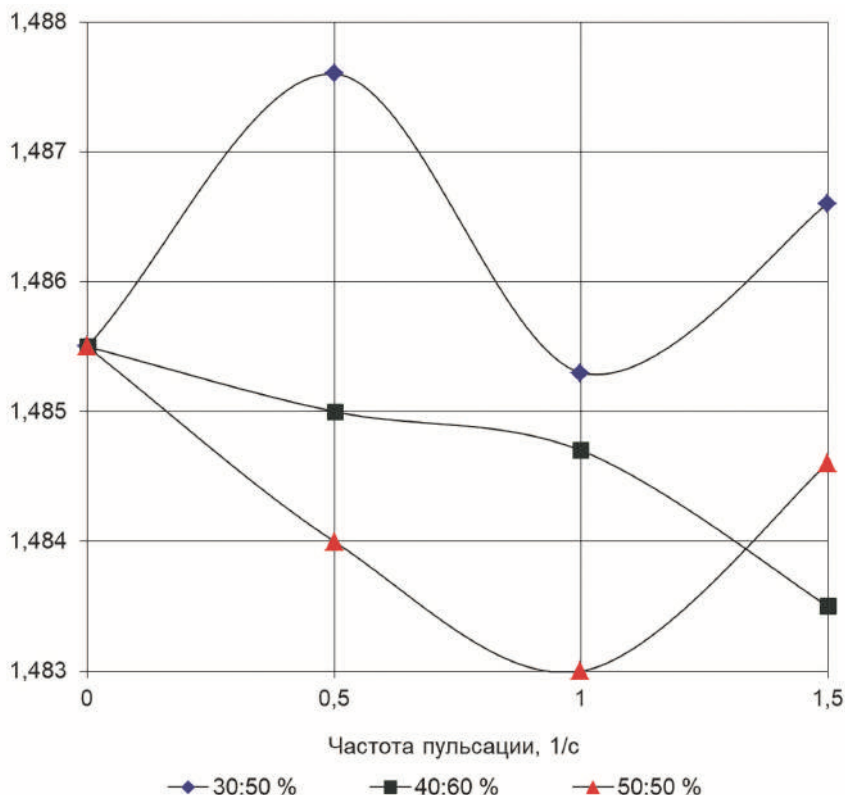


Рис. 3.4. Влияние частоты пульсации на коэффициент рефракции рафината (при 50 °C) при изменении соотношения продолжительности импульс : выхлоп

Дальнейшее повышение частоты пульсации ($1,5 \text{ с}^{-1}$) сопровождалось снижением селективности процесса – повышался переход в экстракт парафинов и моноциклической ароматики при резком сокращении содержания би- и полициклической ароматики в экстракте.

При соотношении продолжительности импульса к выхлопу 40 : 60 % повышение частоты пульсации приводило к росту отбора рафината при снижении его коэффициента рефракции (рис. 3.3, 3.4). Но максимум перехода би- и полициклической ароматики приходился на минимальные значения перехода парафинов и моноциклической ароматики в рафинат (рис. 3.5, 3.6).

При соотношении продолжительности импульса к выхлопу 50 : 50 % характер зависимостей становился более плавным. Выход рафината изменялся незначительно при повышении частоты пульсации с 0,5 до $1,0 \text{ с}^{-1}$ с дальнейшим его понижением (рис. 3.3). Наименьшие значения коэффициента рефракции

приходилось на частоту 1 с^{-1} (рис. 3.4). Динамика изменения перехода би- и полициклической ароматики в экстракт и парафинов и моноциклической ароматики в рафинат была незначительна (рис. 3.5, 3.6). Снижение выхода рафината и повышение коэффициента его рефракции при увеличении частоты пульсации до $1,5 \text{ с}^{-1}$ (рис. 3.3, 3.4) можно объяснить уменьшением селективности процесса экстракции нежелательных компонентов, состав которых не отражен на приведенных графиках.

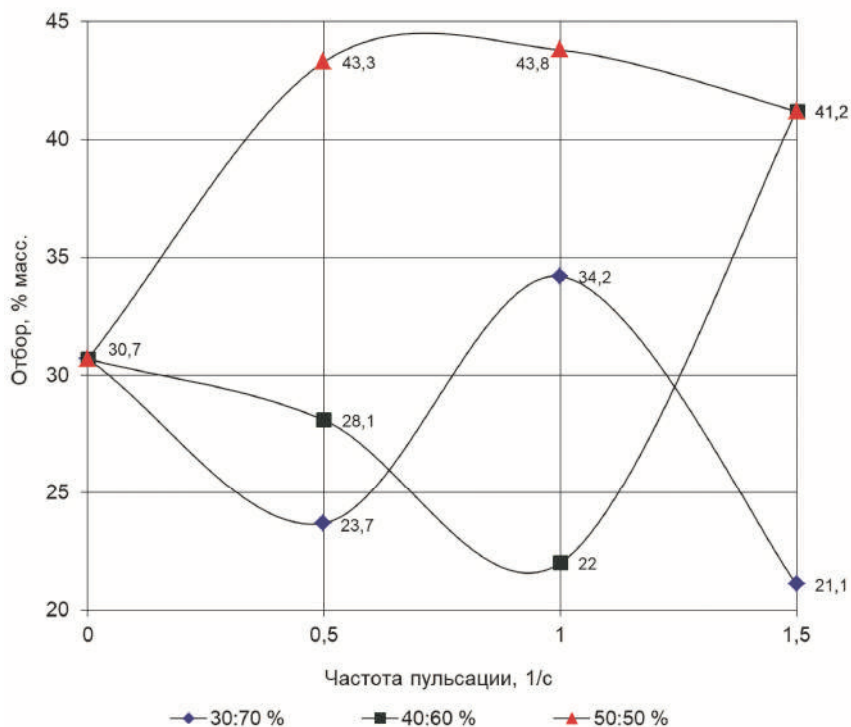


Рис. 3.5. Влияние частоты пульсации на отбор (% масс. от содержания в дистилляте) би- и полициклической ароматики в экстракт при изменении соотношения продолжительности импульс : выхлоп

Таким образом, максимум выхода рафината качества, аналогичного экстракции без пульсации, достигался при соотношении продолжительности импульс: выхлоп – 30 : 70 % при частоте пульсации 1 с^{-1} (рис. 3.3, 3.4).

Наилучшая степень очистки рафината обеспечивалась при соотношении продолжительности импульс: выхлоп – 50 : 50 % при частоте пульсации 1 с^{-1} (рис. 3.4). Выход рафината при этом оставался на уровне экстракции без пульсации (рис. 3.3). Это находилось в полном соответствии с максимальным переходом

би- и полициклической ароматики в экстракт, а парафинов и моноциклической ароматики в рафинат (рис. 3.5, 3.6).

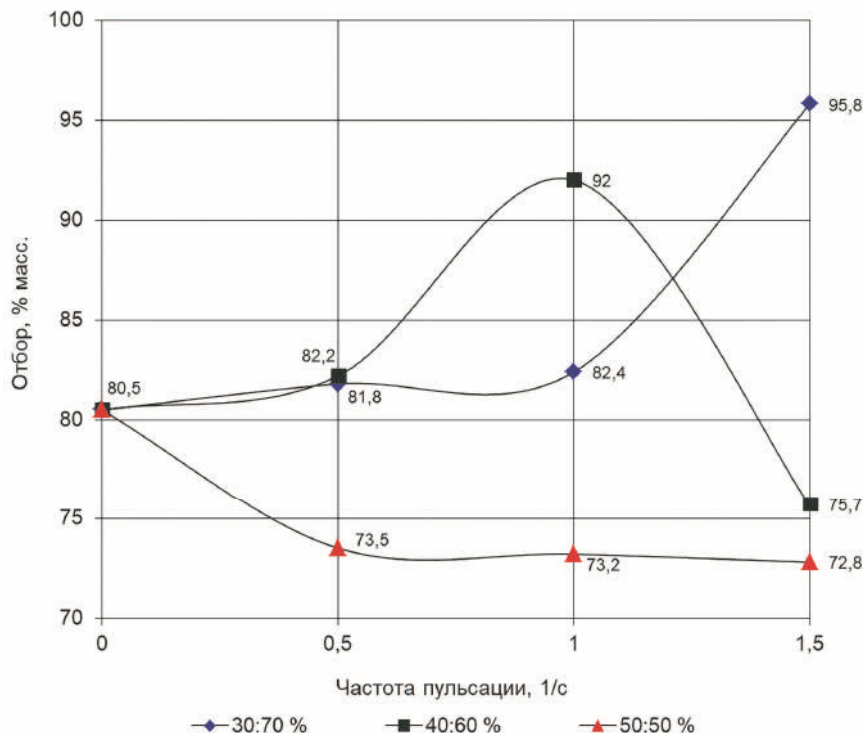


Рис. 3.6. Влияние частоты пульсации на отбор (% масс. от содержания в дистилляте) парафинов и моноциклической ароматики в рафинат при изменении соотношения продолжительности импульс : выхлоп

Т. е. повышение продолжительности встречного движения экстрактивного раствора к восходящему потоку сырья во время выхлопа (при низком соотношении продолжительности импульс: выхлоп – 30 : 70 %) при средней частоте пульсации приводило к повышению выхода рафината при его неизменном качестве. Тогда как сокращение продолжительности этого периода (при повышении соотношения продолжительности импульс: выхлоп – 50 : 50 %) приводило к значительному росту селективности процесса экстракции без снижения выхода рафината.

Таким образом, очевидна перспективность применения пульсационной аппаратуры в процессе селективной очистки масел.

Колебания уровня в пульскамере

I – экстрактор; 2 – контактное устройство; 3 – промежуточная емкость; 4 – пульсатор; 5 – пульскамера; I – сырье; II – растворитель; III, IV – растворы экстракта и рафината из экстракта; V – сжатый инертный газ; VI – выхлоп газа из пульсатора; VII – раствор рафината из промежуточной емкости; VIII – линия дыхания

Для обеспечения пульсационного движения среды в экстракторе в нем создается свободное пространство, заполненное инертным газом. Для этого рафинатный раствор, отводимый через соответствующий штуцер колонны, попадает в промежуточную емкость 3 самотеком.

Для создания пульсаций в полости экстрактора сжатый инертный газ V поступает в пульсатор 4, создающий пульсации давления в пульсационной

камере экстрактора 5. Пневматическая пульсация в пульскамере создается за счет поочередного соединения пульсатором полости пульскамеры 5 с линией сжатого инертного газа V и выхлопа VI, в которой поддерживается давление, близкое к атмосферному.

Пульсация давления в пульскамере 5 приводит к колебательному движению жидкости в ней, которое передается в полость экстрактора I, где создается колебательное движение – пульсация среды.

Рафинатный раствор VII из промежуточной емкости 3 и экстрактивный раствор с низа колонны III поступают в секцию регенерации растворителя по обычной схеме.

Линия выхлопа газа VI из пульсатора 4, соединена с линией дыхания VIII установки, с которой соединены верхние свободные полости экстрактора I и емкости 3.

Таким образом, оснащение экстракционной колонны пульсационной системой не связано со значительными капитальными затратами.

Принцип работы пульсатора детально описан в главе 4.

4. ПРОЦЕССЫ ДЕПАРАФИНИЗАЦИИ МАСЕЛ И ОБЕЗМАСЛИВАНИЯ ГАЧЕЙ

4.1. Процесс получения парафиновых суспензий

4.1.1. Кристаллизация из растворов парафинсодержащего сырья в процессах депарафинизации и обезмасливания

Процессы депарафинизации и обезмасливания с применением избирательных растворителей на современных промышленных установках можно разделить на три стадии: кристаллизация парафинов из раствора сырья, фильтрование полученной суспензии и регенерация растворителя из продуктов разделения суспензии. Целью стадии процесса – кристаллизации – является получение такой структуры кристаллов парафина, которая обеспечивает высокую скорость фильтрования суспензии при заданной четкости отделения жидкой фазы от осадка. Основные показатели процесса депарафинизации (обезмасливания) – скорость фильтрования суспензии на фильтрах, выход депарафинированного масла (содержание масла в парафине) во многом зависят от кристаллической

структуры парафина, выкристаллизовывающегося при охлаждении раствора сырья [2, 24, 25, 26, 27, 28].

Процесс получения парафиновых суспензий представляет собой одну из разновидностей процесса экстракции – экстрактивную кристаллизацию [29] – и основан на разной растворимости твердых и жидких углеводородов в селективных растворителях при низких температурах.

При охлаждении ниже температуры кристаллизации твердые углеводороды кристаллизуются и выделяются из растворов сырья в виде твердой фазы, которая отделяется от жидкой путем фильтрования.

Кристаллическая структура парафина зависит от многих факторов: свойства сырья, состава растворителя, скорости охлаждения раствора сырья, кратности разбавления сырья растворителем, способа подачи растворителя к сырью, интенсивности перемешивания раствора сырья при охлаждении и других.

Сырьем процессов депарафинизации являются рафинаты селективной очистки дистиллятных масляных фракций и деасфальтизатов. Получаемые в процессах депарафинизации гачи служат сырьем процессов обезмасливания для получения парафинов и церезинов.

На промышленных установках депарафинизации и обезмасливания в настоящее время в основном применяются растворители, представляющие смесь кетонового и ароматического компонентов. Наиболее широкое распространение получили смеси метилэтилкетона (МЭК) с толуолом.

В настоящей работе не рассматривается влияние качества сырья и состава применяемого растворителя на показатели процессов депарафинизации и обезмасливания. Эти вопросы достаточно глубоко изучены в работах [2, 4, 24–27, 30].

Первичное образование зародышей кристаллов зависит от характера вещества и внешних условий [4]. К этим условиям в растворах, содержащих кристаллизующиеся углеводороды, относятся растворимость последних при данной температуре и степень насыщенности раствора. Число зародышей, образующихся в начальный момент кристаллизации, зависит от концентрации кристаллизующихся углеводородов, скорости охлаждения раствора, разности между температурой раствора и температурой насыщения. Размер кристаллов зависит от числа образующихся зародышей, скорости охлаждения раствора и вязкости жидкой фазы, в которой растворены твердые углеводороды. Равновесие между образованием зародышей и ростом кристаллов определяется скоростью диффузии выделяющихся из раствора молекул твердых углеводородов к зародышам кристаллов. Скорость роста кристаллов твердых углеводородов на образовавшихся центрах кристаллизации определяется уравнением [4]:

$$v = \frac{dx}{dt} = KS(x - x'), \quad (4.1)$$

где $\frac{dx}{dt}$ – количество вещества, выкристаллизовавшегося в единицу времени;
 K – коэффициент, зависящий от коэффициента диффузии D молекул, достигших насыщения, и средней длины диффузионного пути т. е. $K = \frac{D}{\delta}$;
 S – поверхность выделившейся твердой фазы;
 x – концентрация пересыщенного раствора;
 x' – растворимость зародышей кристаллов при данной степени их дисперсности.

Коэффициент диффузии D определяется из уравнения:

$$D = \frac{RT}{(6\pi Nr\eta)}, \quad (4.2)$$

где R – универсальная газовая постоянная;
 T – абсолютная температура кристаллизации;
 N – число Авогадро;
 r – средний радиус молекул твердых углеводов;
 η – вязкость среды.

Из двух предыдущих уравнений следует:

$$v = \frac{RST(x - x')}{(6\pi Nr\eta\delta)}. \quad (4.3)$$

Таким образом, скорость выделения твердой фазы из раствора на образовавшихся центрах кристаллизации в значительной мере зависит от вязкости среды, средней длины диффузионного пути молекул к центрам кристаллизации, среднего радиуса молекул твердых углеводов и разности между концентрацией раствора и растворимостью выделившейся твердой фазы при температуре кристаллизации. К сожалению, уравнение (4.3) не применимо на практике, ввиду трудности определения ряда входящих в него величин.

Рассмотрим те факторы, которые могут быть изменены на установке, работающей на определенном виде сырья и растворителя: скорость охлаждения раствора сырья, последовательность подачи растворителя при получении суспензии, интенсивность перемешивания сырьевой смеси в процессе кристаллизации.

На формирование кристаллической структуры парафина значительное влияние оказывает скорость охлаждения раствора сырья [2, 4, 25, 31, 32]. Здесь под скоростью охлаждения подразумевается средняя скорость охлаждения, представляющая собой отношение разности температур сырьевой смеси на входе и выходе кристаллизатора к продолжительности пребывания смеси в аппарате. Увеличение скорости охлаждения выше 30–40 град/ч приводит к образованию

мелких кристаллов, т. к. в этом случае скорость роста кристаллов меньше скорости создания пересыщения в растворе, что приводит к вторичному зародышеобразованию и, в конечном счете, получению мелких кристаллов парафина. В результате образуется плотный трудно проницаемый осадок, то есть снижается скорость фильтрования и увеличивается содержание масла в парафине. В начальный период зародышеобразования особенно важно не допускать повышения скорости охлаждения [33, 34].

После этого скорость охлаждения может быть повышена до 90–300 град/ч без заметного ухудшения кристаллической структуры парафина [35].

Однако, средняя скорость охлаждения раствора сырья – это скорость охлаждения потока, она не характеризует изменения температуры потока в поперечном сечении аппарата. О действительной скорости зародышеобразования и роста кристаллов, можно судить только по температурному профилю в кристаллизаторе, учитывающему кристаллизацию парафина из раствора при его охлаждении.

Существует два способа подачи растворителя для разбавления сырья: однократное разбавление всем количеством растворителя перед началом охлаждения сырьевого потока и порционное разбавление. При одновременном разбавлении дистиллятного сырья кристаллы парафина образуют пространственную структуру, содержащую маточный раствор, который трудно вымывается при фильтровании [31]. При этом образуются осадки с высоким содержанием жидкой фазы, имеющие тенденцию к сжимаемости и растрескиванию, т. е. в парафине (гаче) содержится большое количество масла.

При порционной подаче растворителя очередные порции подаются по мере охлаждения раствора. При этом рекомендуется подавать основное количество растворителя по окончании процесса охлаждения – достижения температуры фильтрования суспензии [27, 31].

Порционное разбавление обеспечивает снижение вязкости суспензии для ее прокачки через кристаллизаторы и создание необходимых условий роста кристаллов [36]. Однако, при таком способе подачи растворителя наряду со снижением содержания масла в осадке наблюдается падение скорости фильтрования суспензии. Оптимальное количество растворителя в каждой порции также как и общая кратность разбавления подбираются для данного сырья экспериментально.

Рекомендуется разбавлять сырье по мере его охлаждения растворителем переменного состава – на первичное разбавление подается растворитель обогащенный метилэтилкетон (60–80 %), а на конечное – растворитель с увеличенным содержанием ароматического компонента [37, 38]. Применение данного метода позволяет несколько улучшить кристаллическую структуру парафина. Однако этот способ не нашел широкого применения вследствие трудностей, связанных с регулированием и контролем состава растворителя.

От интенсивности перемешивания раствора сырья при охлаждении в значительной мере зависят фильтрационные характеристики получаемой суспензии. Установлены оптимальные пределы скорости перемешивания, обеспечивающие повышение скорости фильтрования и снижение содержания масла в получаемом осадке [39–41].

В настоящее время на всех отечественных и большинстве зарубежных установок депарафинизации и обезмасливания с применением избирательных растворителей процесс кристаллизации твердых углеводов осуществляется в горизонтальных многосекционных скребковых кристаллизаторах, представляющих собой теплообменники типа «труба в трубе». Кристаллизаторы оснащены скребковыми устройствами для удаления отлагающегося в процессе охлаждения на теплопередающей поверхности слоя парафина и перемешивания сырьевого потока [2, 25]. В трубном пространстве кристаллизатора движется сырьевой поток, в межтрубном – хладагент.

Начальный этап охлаждения смеси сырья с растворителем происходит в регенеративных кристаллизаторах, где в качестве хладагента используется фильтрат первой ступени – раствор депарафинированного масла.

На этом этапе происходит формирование кристаллической структуры и выделение основной массы твердых углеводов, содержащихся в сырье.

Дальнейшее охлаждение сырьевой смеси до температуры фильтрования происходит в испарительных скребковых кристаллизаторах, в которых хладагентом является сжиженный пропан или аммиак. На этом этапе выкристаллизуется относительно небольшое количество твердых углеводов, причем процесс происходит в основном в виде дальнейшего роста кристаллов.

Таким образом, наиболее важным этапом процесса формирования кристаллической структуры получаемой парафиновой суспензии, определяющей ее фильтрационные характеристики, следовательно, и эффективность депарафинизации в целом, является этап охлаждения сырьевой смеси в регенеративных скребковых кристаллизаторах.

Сложность и несовершенство конструкции скребковых кристаллизаторов, которая не претерпела принципиальных изменений в течение последних 40–50 лет, являются причиной низкой надежности в эксплуатации и высоких эксплуатационных затрат. Но основным недостатком является то, что температурный и гидродинамический режим процесса кристаллизации, создаваемый этим оборудованием, приводит к образованию полидисперсной мелкокристаллической структуры твердых углеводов [4].

Это, в свою очередь, связано с ухудшением фильтрационных характеристик получаемой суспензии – снижением скорости фильтрования и качества ее

разделения (увеличением требуемой поверхности фильтровального оборудования и понижением отбора депарафинированного масла).

Низкие коэффициенты теплоотдачи от раствора сырья приводят к тому, что коэффициенты теплопередачи в кристаллизаторах находятся в пределах 50–300 Вт/(м²·°C) [42, 43]. Меньшие значения соответствуют зонам охлаждения суспензий при низких температурах – увеличении вязкости потока. Т. е. теплопередающая поверхность скребковых кристаллизаторов используется неэффективно.

Скорость охлаждения раствора сырья в кристаллизаторах – 50–350 °C/ч [2, 25, 42]. Причем большие значения приходятся на первые регенеративные кристаллизаторы, где скорость охлаждения должна быть минимальной, т. к. именно здесь происходит первичное зародышеобразование и начальный рост кристаллов. Как показали исследования [42], указанные скорости охлаждения раствора сырья – это осредненные по всему потоку значения. Скорости охлаждения в пристенном слое достигают 20 000–25 000 °C/ч. Процесс, происходящий в скребковом кристаллизаторе, можно представить следующим образом: резкое охлаждение слоя сырьевой смеси на границе с теплопередающей поверхностью – стенкой трубы кристаллизатора, в результате чего из него выкристаллизовывается часть твердой фазы, между которой содержится маточный раствор; снятие этого слоя скребком и перемешивание с основным потоком – сопутствующий тепломассообмен сопровождается частичным растворением кристаллов, снятых со стенки трубы. Этот цикл повторяется многократно по мере движения сырьевого потока по внутренней трубе кристаллизатора.

В результате образуются трудно фильтруемые суспензии с мелкокристаллической полидисперсной твердой фазой.

Значительное число работ посвящено совершенствованию конструкции скребковых кристаллизаторов с целью повышения их надежности и эффективности использования теплопередающих поверхностей, интенсификации процессов депарафинизации и обезмасливания путем оптимизации происходящего в них процесса кристаллизации.

За последние годы наметилась тенденция к применению скребковых кристаллизаторов с диаметром теплообменных труб 300 мм (в традиционно применяемых кристаллизаторах теплообменные трубы имеют диаметр 150 мм) [44–47]. Применение кристаллизаторов данной конструкции дает возможность снизить гидравлическое сопротивление при движении суспензии, улучшить кристаллическую структуру парафина за счет снижения скорости охлаждения в растворе сырья.

Однако эти кристаллизаторы не имеют принципиальных отличий, т. е. для них характерны основные недостатки кристаллизаторов с диаметром труб 150 мм.

В работе [48] с целью интенсификации обезмасливания и депарафинизации рекомендуется обрабатывать ультразвуком раствор сырья при его охлаждении в процессе получения суспензии. Было установлено, что для дистиллятных продуктов при обработке ультразвуком наблюдается образование крупных разрозненных кристаллов парафина, что приводит к увеличению скорости фильтрования по сравнению с неозвученной суспензией. Содержание масла в гаче также снижается.

Однако этот способ не нашел промышленного применения, т. к. усложнение схемы процесса кристаллизации в условиях промышленных установок не компенсируется тем эффектом, который достигается при обработке суспензий ультразвуком.

В работах [49, 50–58] рассмотрены возможности интенсификации процессов депарафинизации и обезмасливания путем выбора оптимальных режимов работы скребковых кристаллизаторов: разбавления сырья растворителем, перемешивания при охлаждении и температурного режима в аппарате. Все приведенные способы не устраняют принципиальных недостатков, характерных для получения суспензий в скребковых кристаллизаторах.

В работе [11] рассмотрен подход к достижению экстремальных состояний масляных фракций в процессе низкотемпературной депарафинизации масляных фракций и обезмасливания гачей (петролатумов), который связан с обеспечением условий для образования меньшего числа зародышей твердой фазы в объеме раствора, их беспрепятственного роста до размеров, приводящих к седиментации, и дальнейшей коагуляции с формированием хорошо проникаемых рыхлых осадков.

Крупные частицы с плоской поверхностью имеют меньший адсорбционный потенциал по сравнению с аналогичными высокодисперсными частицами, поэтому вокруг них формируется сольватный слой меньшей толщины. Масляные компоненты, входящие в состав сольватных слоев крупных частиц, оказываются в менее связанном состоянии по сравнению с высокодисперсными частицами.

Депарафинизация масляных фракций в экстремальном состоянии обеспечивает повышение таких важных технологических показателей, как выход и качество депарафинированного масла, скорость фильтрования суспензий, уменьшение содержания масла в гаче (петролатуме). Однако отмечается, что повышение выхода масла (снижение пористости осадка) зачастую сопряжено со снижением скорости фильтрования (за счет увеличения плотности осадка). Утверждается, что компромиссное решение, ведущее к улучшению обоих показателей, возможно при применении модифицирующих добавок.

Наиболее эффективны из исследованных добавок при депарафинизации остаточного рафината – алкилсалицилат кальция многозольный и сульфосал. При концентрации данных добавок от 0,1 до 0,5 % мас. увеличиваются скорость

фильтрации и выход депарафинированного масла по сравнению с обычной технологией депарафинизации без добавок.

Существенные различия в достижении экстремальных состояний дистиллятных и остаточных масляных фракций обусловлены присутствием в последних смол, которые сами действуют как естественные полярные модификаторы структуры в оптимальной концентрации 2 % мас. Однако совместное присутствие смол и искусственных полярных модификаторов структуры твердых углеводородов может приводить к синергетическому и антагонистическому эффектам при депарафинизации остаточного сырья. Отмечено, что при депарафинизации дистиллятного сырья эффективны депрессорные присадки, а при депарафинизации остаточного сырья следует использовать металлсодержащие многофункциональные присадки.

Таким образом, одним из перспективных направлений интенсификации процессов депарафинизации и обезмасливания является применение модификаторов структуры кристаллов твердых углеводородов. Действие модификаторов основано на их адсорбции на растущих кристаллах, что позволяет регулировать размеры и степень их агрегирования, а также изменять количество жидкой фазы, входящей в сольватные оболочки при охлаждении раствора сырья в кристаллизаторах [4, 30, 59].

Недостатком этого направления является то, что его реализация предусматривает применение существующего кристаллизационного оборудования, во многом снижающего эффективность внедрения модификаторов кристаллической структуры. Кроме этого, учитывая то, что полное отделение исходной жидкой фазы суспензии от осадка практически невозможно, присутствие примесей используемого модификатора в парафинах, получаемых при обезмасливании гачей депарафинизации, может ограничивать область их дальнейшего применения.

Ведущей организацией по разработке аппаратуры для процессов нефтепереработки ВНИИНЕФТЕМАШ в области модификации и создания нового оборудования для производства масел и парафинов за последние годы разработаны и внедрены только скребки из полимерных материалов [60], что позволяет увеличить срок их службы. Однако, внедрение этой разработки не затрагивает сути процесса кристаллизации и не обеспечивает интенсификации технологии депарафинизации-обезмасливания.

Разработаны процессы кристаллизации при депарафинизации и обезмасливании различных парафинсодержащих продуктов без применения кристаллизаторов скребкового типа или при ограниченном их использовании. Основные разновидности этих процессов:

1. Распыление сырья в токе холодного инертного газа с последующим смешением полученной крупки с охлажденным растворителем [50, 51].
2. Кристаллизация путем противоточного движения сырья и хладагента, не смешивающегося с сырьем [52–58].
3. Распыление сырья непосредственно в слой холодного растворителя при одновременном интенсивном перемешивании суспензии [61–66].
4. Кристаллизация путем многопорционного разбавления сырья охлажденным растворителем [26, 67–87].

Первые три способа не нашли промышленного применения, т. к. обладают рядом существенных недостатков.

Последний способ предложен сравнительно недавно и в настоящее время внедрен на ряде зарубежных предприятий. Способ депарафинизации Dilchill основан на получении парафиновой суспензии при непосредственном смешении сырья с порциями охлажденного осушенного растворителя, фильтрата второй ступени или их смеси, при интенсивном перемешивании.

Аппарат, в котором осуществляется процесс кристаллизации (кристаллизатор смешения) представляет собой секционированную колонну, оснащенную многолопастным перемешивающим устройством. Лопасты расположены в каждой секции аппарата и крепятся к вертикально расположенному валу перемешивающего устройства, проходящему через все секции и вращаемому приводом, установленным на верхней крышке кристаллизатора. В каждую секцию аппарата подают через форсунки хладагент (охлажденный осушенный растворитель, фильтрат второй ступени фильтрования или их смесь), где он перемешивается с сырьевым потоком лопастями мешалки. Интенсивность перемешивания в каждой секции обеспечивает практически мгновенное распределение вводимого хладагента по всему объему секции.

В качестве растворителей применяют смеси компонентов, используемых в традиционных способах депарафинизации (метилэтилкетон, толуол, метил-изобутилкетон и др.).

Один кристаллизатор смешения заменяет все регенеративные скребковые кристаллизаторы установки депарафинизации. Полученная в нем суспензия охлаждается до температуры фильтрования в испарительных (пропановых или аммиачных) скребковых кристаллизаторах.

При таком способе получения суспензии образуются крупные кристаллы твердых углеводов, имеющие однородный гранулометрический состав, что обеспечивает увеличение скорости фильтрования суспензии на фильтрах при повышении выхода депарафинированного масла.

Однако имеется ряд недостатков, ограничивающих широкое распространение указанной технологии. К ним можно отнести сложность конструкции описанного кристаллизатора смешения, необходимость осушки растворителя и его тщательной очистки от механических примесей. Необходимость осушки растворителя, применяемого в качестве хладагента, обусловлена тем, что при его охлаждении фильтратом первой ступени (раствором депарафинированного масла) и пропаном (аммиаком) кристаллизующаяся на поверхности теплообменной аппаратуры вода, содержащаяся в растворителе, снижает эффективность теплопередачи. Это, в свою очередь, создает проблемы в утилизации холода фильтрата первой ступени и достижении заданной температуры конечного охлаждения применяемого в качестве хладагента растворителя.

Жесткие требования к отсутствию в хладагенте механических примесей и кристаллов воды (при использовании неосушенного растворителя) связаны с тем, что подача хладагента в секции кристаллизатора осуществляется через коллекторы, оснащенные соплами малого диаметра для дополнительной интенсификации процесса смешения.

Следует отметить, что применение технологии кристаллизации смешением не предусматривает каких-либо дополнительных требований к сырью процесса депарафинизации, в качестве которого используют рафинаты селективной очистки масляных дистиллятов и деасфальтизатов.

Разработанный отечественный вариант кристаллизатора смешения КС-40 был включен в схему установки Г-39-40 Грозненского НПЗ им. А. Шерипова. К сожалению, его испытания не показали ожидаемых результатов, а указанные выше недостатки, присущие этому оборудованию и технологии, вынудили остановить работы по завершению отладки режима работы кристаллизационного отделения, включающего кристаллизатор смешения.

Дальнейших попыток внедрения такой технологии в отечественной промышленности сделано не было.

Следует отметить отсутствие опубликованных математических моделей и методик расчета процесса теплообмена при кристаллизации парафинсодержащего сырья путем его смешения с охлажденным растворителем, учитывающих характер растворимости твердых углеводородов, содержащихся в сырье, и их многокомпонентный состав [88–95].

4.1.2. Результаты экспериментальных исследований.

Устройство и принцип работы пульсационного кристаллизатора

Несмотря на недостатки, присущие описанной в разделе 4.1.1 технологии Dilchill и аппаратуре для его осуществления, процесс кристаллизации путем

многопорционного смешения парафинсодержащего сырья с охлажденным растворителем показал свою перспективность. Достижимые технологические преимущества процесса, основанного на охлаждении сырья при непосредственном смешении его с хладагентом, в качестве которого используется растворитель (т. е. процесс охлаждения сырьевой смеси осуществляется одновременно с ее разбавлением) подтвердили необходимость поиска новых решений в этом направлении.

Для решения этого вопроса были проведены теоретические и экспериментальные исследования с целью разработки аппаратного оформления процесса кристаллизации смешением и соответствующей технологии процесса депарафинизации, лишенных перечисленных выше недостатков, которые показали целесообразность замены механического перемешивания сырьевой смеси с порциями хладагента пульсационным воздействием. При этом было установлено, что возможно достижение любой интенсивности смешения потоков сырья с хладагентом при существенном упрощении конструкции аппарата. Кроме этого, отпадает необходимость предварительного дробления потока вводимого хладагента – оснащения аппарата коллектором с соплами малого диаметра. Это, в свою очередь, снимает дополнительные требования к содержанию механических примесей в хладагенте (охлажденном растворителе, фильтрате второй ступени или их смеси) и наличию в нем кристаллов воды и твердых углеводородов, образование которых возможно при охлаждении хладагента до заданной температуры.

Учитывая то, что, как указывалось выше, при внедрении новой технологии предполагается применение сырья и растворителя, используемых в настоящее время на существующих производствах, было исследовано влияние остальных основных факторов, влияющих на процесс кристаллизации, следовательно, определяющих фильтрационные характеристики получаемых суспензий – эффективность процесса депарафинизации в целом. К этим факторам относятся интенсивность перемешивания сырьевого потока с хладагентом и скорость охлаждения. При этом конечные кратности разбавления сырья растворителем для фильтруемой суспензии и температура хладагента подбирались, исходя из параметров существующих технологических процессов, возможности утилизации холода фильтрата первой ступени и получения хладагента на существующем или дополнительно устанавливаемом теплообменном оборудовании.

Для проведения экспериментальных исследований по получению парафиновых суспензий путем пульсационного смешения сырья с хладагентом – охлажденным растворителем была создана лабораторная установка, принципиальная схема которой показана на рис. 4.1.

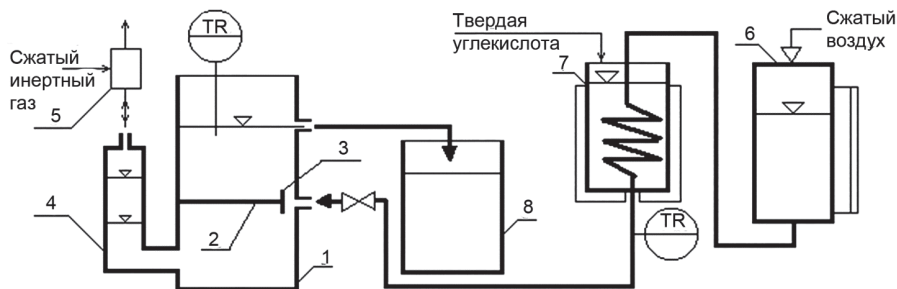


Рис. 4.1. Схема лабораторной установки для исследования кристаллизации парафино-содержащего сырья при пульсационном смешении с охлажденным растворителем:
 1 – корпус кристаллизатора; 2 – перегородка; 3 – сопло; 4 – пульскамера; 5 – пульсатор;
 6 – емкость растворителя; 7 – холодильник; 8 – приемник суспензии

В качестве примера приведены результаты исследований на следующих видах сырья: рафинат селективной очистки фракции 420–490 °С и остаточный рафинат смеси западносибирских нефтей, основные физико-химические свойства которых приведены в табл. 4.1.

В качестве хладагента применяли охлажденный растворитель – смесь метилэтилкетона (МЭК) с толуолом в отношении 50 : 50 % об.

В теплоизолированный корпус кристаллизатора 1 (рис. 4.1) заливали сырье, подогретое до температуры, превышающей температуру его плавления на 20–25 °С. Сырье заливалось до уровня сливного патрубка корпуса кристаллизатора.

Таблица 4.1

Основные физико-химические свойства рафината фракции 420–490 °С и остаточного рафината смеси западносибирских нефтей

Наименование показателей	Значение показателей	
	Рафинат фракции 420–490 °С	Остаточный рафинат
Плотность при 70 °С, кг/м ³	855	869
Температура плавления, °С	38,0	50,2
Показатель преломления при 50 °С	1,4750	1,4840
Вязкость кинематическая, мм ² /с		
– при 70 °С	14,66	47,05
– при 100 °С	6,72	18,04

Корпус кристаллизатора оснащен перегородкой 2, разделяющей его на две секции, соединенные между собой соплом 3, примыкающим к стенке корпуса.

Включали пульсатор 5, подающий пневматические импульсы инертного газа в пульсационную камеру 4 (емкость, образующую с корпусом кристаллизатора сообщающиеся сосуды). Пневматические импульсы представляют собой циклическое чередование избыточного и атмосферного давления в пульсационной камере. Это приводит к колебательному движению жидкости в пульсационной камере, следовательно, и в корпусе кристаллизатора. Движение жидкости вверх в корпусе кристаллизатора обусловлено создавшимся в пульсационной камере импульсом давления (задаваемого пульсатором), движение в низ происходит при выхлопе газа из пульсационной камеры (происходящего через пульсатор) и обеспечивается разностью уровней в корпусе и пульсационной камере. Т. е. средний уровень жидкости в пульсационной камере при работе пульсатора остается постоянным и всегда ниже уровня в корпусе кристаллизатора.

Эти колебательные движения жидкости в корпусе приводят к ее возвратно-поступательному движению в сопле 3, где создается высокоскоростной поток, обусловленный сужением «живого» сечения.

Растворитель из емкости 6 подавался в холодильник 7, где он охлаждался до требуемой температуры, регистрируемой прибором, термомпара которого установлена в линии выхода из холодильника. Затем охлажденный растворитель, расход которого регулировался вентилем, подавался в патрубок, соединенный с соплом 3.

Охлажденный растворитель, попадая в сопло, поочередно поступал в верхнюю и нижнюю секции кристаллизатора, перемешиваясь с сырьем. Избыток смеси сливался через верхний патрубок в приемник суспензии 8.

Таким образом, происходило разбавление сырья растворителем с сопутствующим охлаждением и образованием суспензии с заданной степенью разбавления. Изменение температуры суспензии в кристаллизаторе регистрировали прибором, термомпара которого была установлена в корпусе.

Лабораторный кристаллизатор работал в периодическом режиме, температура в нем изменялась от начальной температуры сырья до конечной температуры суспензии, соответствующей заданному количеству поданного растворителя и степени его охлаждения.

Полученную в пульсационном кристаллизаторе суспензию, охлаждали до температуры фильтрования в модели скребкового испарительного кристаллизатора. Эту суспензию фильтровали в две ступени на лабораторном вакуумном фильтре с промывкой осадков и репульпацией осадка после первой ступени фильтрования, т. е. моделировали процесс двухступенчатой депарафинизации с применением кристаллизатора пульсационного смешения на стадии получения суспензии в регенеративных кристаллизаторах.

Основные параметры процесса двухступенчатой депарафинизации рафината фр. 420–490 °С и остаточного рафината смеси западносибирских нефтей в лабораторных условиях с применением кристаллизатора пульсационного смешения приведены в табл. 4.2.

Таблица 4.2

Основные параметры процесса двухступенчатой депарафинизации рафината фр. 420–490 °С и остаточного рафината смеси западносибирских нефтей в лабораторных условиях с применением кристаллизатора пульсационного смешения

Наименование показателей	Значение показателей	
	для рафината фр. 420–490 °С	для остаточного рафината
Начальная температура сырья, °С	65	70
Кратность расхода «высокотемпературного» хладагента-растворителя, охлажденного до температуры минус 5 °С, об. доли на сырье	1,0:1,0	1,5:1,0
Кратность расхода «низкотемпературного» хладагента-растворителя, охлажденного до температуры минус 25 °С, об. доли на сырье	2,5:1,0	3,0:1,0
Общая кратность разбавления сырья растворителем (хладагентом), об. доли на сырье	3,5:1,0	4,5:1,0
Конечная температура суспензии в модели кристаллизатора пульсационного смешения, °С	–2	–5
Конечная температура охлаждения суспензии в модели испарительного кристаллизатора (температура первой ступени фильтрования), °С	–25	–25
Температура второй ступени фильтрования, °С	–15	–15
Кратность расхода холодного растворителя на промывку осадка, об. доли на сырье: 1 ступени 2 ступени	0,5:1,0 0,5:1,0	0,8:1,0 0,8:1,0
Кратность расхода холодного растворителя на репульпацию осадка первой ступени, об. доли на сырье	0,7:1,0	0,9:1,0

Как видно из табл. 4.2, в качестве хладагента применяли растворитель с разной степенью охлаждения. Использование «высокотемпературного» и «низкотемпературного» хладагентов обусловлено необходимостью постепенного снижения температуры сырьевой смеси. Кроме этого, как будет показано ниже, в реальном процессе депарафинизации возможно применение двух видов хладагента: фильтрата второй ступени и охлажденного растворителя, имеющих температуры и соотношение расходов, аналогичные указанным в табл. 4.2.

При проведении экспериментов исследовали влияние скорости охлаждения сырьевой смеси в кристаллизаторе и интенсивности перемешивания в процессе получения суспензии на ее фильтрационные характеристики.

Интенсивность перемешивания в аппаратах с пульсационным воздействием оценивается двумя параметрами [22]: скоростью движения жидкости в сопле (или соплах) во время импульса W_c и отношением объема аппарата V к производительности пульсационного устройства, определяемого произведением объема импульса V_u на частоту пульсации f .

Скорость движения жидкости в сопле во время импульса равна:

$$W_c = \frac{V_u}{(F_c t_u)} = \frac{a F_{нк}}{(F_c t_u)}, \quad (4.4)$$

где a – размах колебаний жидкости в пульсационной камере, м;

$F_{нк}$ – площадь сечения пульсационной камеры, м²;

F_c – площадь сечения сопла, м²;

t_u – продолжительность импульса, с.

Второй параметр оценки интенсивности перемешивания определяется по формуле:

$$I = \frac{V}{(V_u f)} = \frac{V}{(a F_{нк} f)}, \quad (4.5)$$

где I – параметр оценки интенсивности перемешивания, мин;

f – частота пульсации, мин⁻¹.

Параметр I показывает продолжительность времени, за которое суммарный объем жидкости, попадающей в аппарат из пульсационной камеры, становится равным объему аппарата.

Было установлено, что требуемая интенсивность перемешивания достигается при $W_c = 0,8-1,5$ м/с и $I = 0,8-1,5$ мин. Снижение указанных параметров приводило к образованию сгустков сырья вследствие недостаточной интенсивности его смешения с охлажденным растворителем, при фильтровании полученной суспензии снижался выход депарафинированного масла при соответствующем повышении содержания масла в гаче.

При повышении интенсивности перемешивания сырьевой смеси выше указанных пределов фильтрационные характеристики получаемой суспензии (скорость фильтрования и выход депарафинированного масла) изменялись незначительно. Дальнейшее увеличение этих параметров приводит только к дополнительным энергозатратам.

Скорость охлаждения суспензии определяется интенсивностью подачи охлажденного растворителя, его температурой и зависит также от объема сырьевой смеси в аппарате.

На рис. 4.2 показаны зависимости скорости фильтрования суспензий, полученных из рафината фракции 420–490 °С и остаточного рафината смеси западносибирских нефтей с использованием кристаллизатора пульсационного смешения, от скорости охлаждения.

Результаты сопоставлены с данными, полученными при моделировании условий получения суспензии в регенеративных и испарительных скребковых кристаллизаторах. При этом были равны конечные кратности разбавления сырья растворителем в фильтруемой суспензии и идентичны условия фильтрования (температуры, кратности промывки осадков и репульпации осадка первой ступени).

На рис. 4.2 за 100 % принята скорость фильтрования суспензии (на первой и второй ступенях), полученной при моделировании традиционной технологии – при получении суспензии в модели скребкового кристаллизатора.

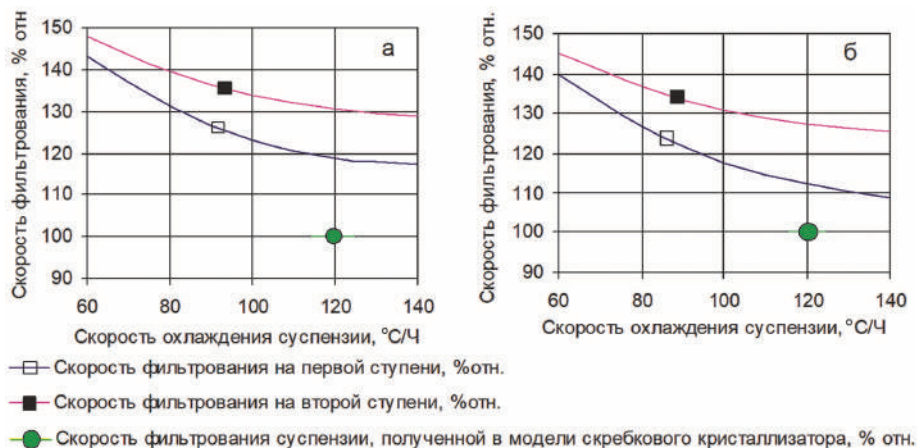


Рис. 4.2. Зависимость скорости фильтрования суспензий от скорости охлаждения сырьевой смеси в модели кристаллизатора пульсационного смешения:

а – для остаточного рафината, *б* – для рафината 420–490 °С

Для рафината фракции 420–490 °С при скорости охлаждения в пульсационном кристаллизаторе 100–120 °С/ч скорость фильтрования на первой ступени выше соответствующего показателя при получении суспензии по традиционной технологии на 12–15 %, на второй ступени – на 26–30 %. Учитывая то, что, как будет показано ниже, что в кристаллизаторе пульсационного смешения скорость охлаждения может быть снижена до 80–100 °С/ч, скорость фильтрования при этом на первой ступени будет выше на 18–27 %, на второй ступени – на 30–37 %.

Для остаточного рафината при скорости охлаждения 80–100 °С/ч повышение скорости фильтрования еще более заметно в сравнении с традиционной технологией – на 23–32 % для первой ступени и на 34–40 % для второй ступени.

На рис. 4.3 показана зависимость выхода депарафинированного масла при двухступенчатой депарафинизации с применением кристаллизатора пульсационного смешения от скорости охлаждения. Максимум приходится на интервал скоростей охлаждения 80–100 °С. При этом увеличение выхода депарафинированного масла в сравнении с результатами получения суспензии традиционным путем для рафината фракции 420–490 °С составляет 3,8–4,0, для остаточного рафината – 4,7–5,0 %.

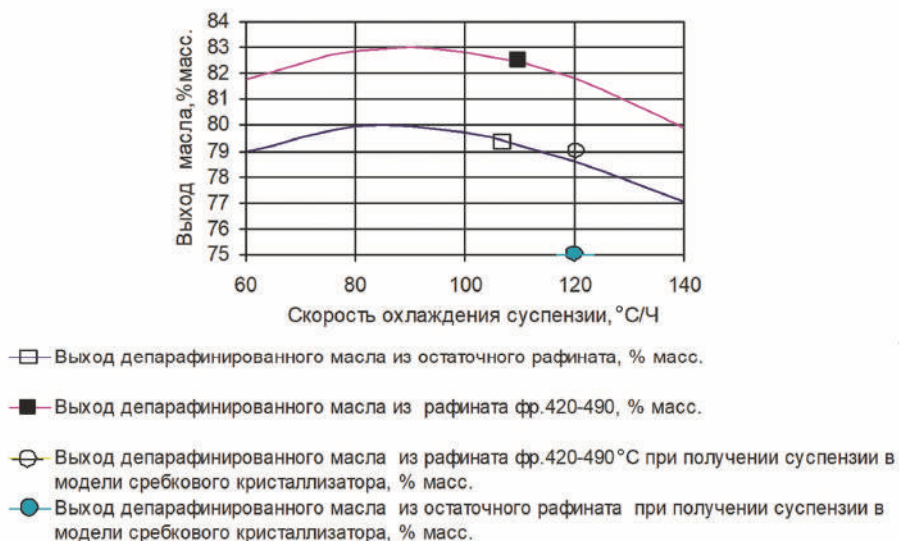


Рис. 4.3. Зависимость выхода депарафинированного масла от скорости охлаждения сырьевой смеси в модели кристаллизатора пульсационного смешения

Исследование гранулометрического состава твердой фазы суспензий, полученных в кристаллизаторе пульсационного смешения и в модели скребкового кристаллизатора путем микрофотографирования кристаллов осадка показало, что улучшение фильтрационных характеристик суспензии обусловлено образованием однородных по размерам более крупных частиц и отсутствием кристаллических агрегатов.

Результаты лабораторных исследований были проверены на пилотной установке, схема которой аналогична лабораторной (рис. 4.1). Была подтверждена справедливость полученных закономерностей.

Затем был разработан способ получения парафиновых суспензий в промышленных процессах депарафинизации масляных рафинатов, осуществляемый в кристаллизаторе пульсационного смешения [9, 96]. В основу способа был положен описанный выше принцип, опробованный в лабораторных и пилотных условиях. Отличие заключается в том, что аппарат состоит из ряда последовательно соединенных соплами секций. Однако пульсация также осуществляется пульсатором через одну пульсационную камеру.

Ниже приведено описание способа и принципа работы аппарата.

Принцип действия аппарата основан на многопорционном смешении парафинсодержащего нефтепродукта с хладагентом, в качестве которого используется охлажденный растворитель и фильтрат второй ступени фильтрования. Смешение сырьевого потока с порциями хладагента осуществляется в одном аппарате за счет пульсационного воздействия сжатым инертным газом.

Аппарат работает при атмосферном давлении, в нем отсутствуют движущиеся части и приспособления для их уплотнения, что в значительной мере упрощает его конструкцию и повышает надежность в эксплуатации.

Аналогов в аппаратурном оформлении процесса кристаллизации пульсационным смешением в отечественной и зарубежной нефтеперерабатывающей промышленности нет.

Схема аппарата показана на рис. 4.4.

Кристаллизатор представляет собой вертикальную колонну 1, соединенную с пульсационной камерой 2 (полой цилиндрической емкостью) трубопроводом 3. Аппарат оснащен перегородками 4 с перетоками 6 и перегородками 5 с соплами 7, чередование которых образует секции. Сопла специальной конструкции 7 примыкают к стенке корпуса. В месте расположения сопел к корпусу приварены штуцеры подачи хладагента 8. Корпус 1 оснащен штуцерами ввода сырья 9 и вывода суспензии 10.

Сырье I, разогретое до температуры, превышающей температуру насыщения парафином, подается насосом в штуцер 9 (см. рис. 4.4). Аппарат заполнен жидкостью до уровня штуцера выхода суспензии 10. Специальное устройство – пульсатор 11 соединен с линией сжатого инертного газа и линией выхлопа, в которой поддерживается атмосферное давление, и пульсационной камерой 2. С заданной частотой и продолжительностью пульсатор 11 поочередно соединяет полость пульсационной камеры 2 с линией сжатого инертного газа и линией выхлопа, создавая в пульсационной камере пневматические импульсы IV (пульсацию). Уровень и размах колебаний жидкости в пульсационной камере 2 регулируется настройкой соответствующего режима пульсации – давления сжатого газа, частоты пульсации, соотношения между продолжительностью импульса и выхлопа. При этом размах колебаний жидкости в пульсационной

камере и частота пульсации обеспечивают заданную интенсивность перемешивания в аппарате. Перепад уровней в пульсационной камере и аппарате (уровни показаны на рис. 4.4 штрих-пунктирными линиями), определяющий отметку установки пульсационной камеры, рассчитывается, исходя из максимально возможного давления в системе инертного газа и гидродинамических характеристик системы пульсационная камера – аппарат.

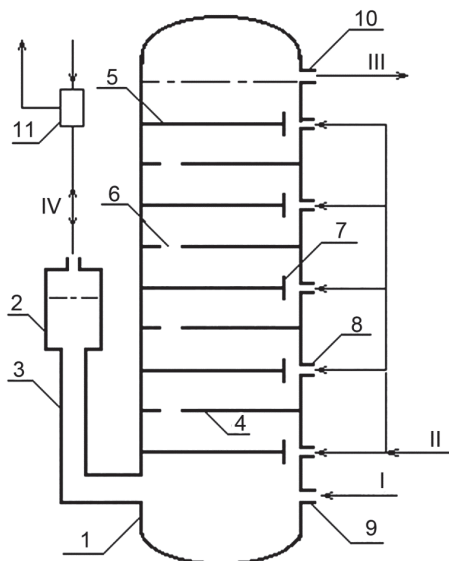


Рис. 4.4. Схема кристаллизатора пульсационного смешения:

- 1 – корпус кристаллизатора; 2 – пульсационная камера; 3 – трубопровод; 4, 5 – перегородки;
6 – перетоки; 7 – сопла; 8 – штуцеры входа хладагента; 9 – штуцеры входа сырья;
10 – штуцеры выхода суспензии; 11 – пульсатор; I – сырье; II – хладагент; III – суспензия;
IV – импульсы инертного газа

Во время импульса движение вытесняемой из пульсационной камеры жидкости обеспечивает переток сырьевой смеси вверх по колонне. При этом высокоскоростное течение в соплах 7 обеспечивает интенсивное перемешивание хладагента II, поступающего в штуцеры 8, в верхних частях секций. При выхлопе газа из пульсационной камеры происходит переток сырьевой смеси (за счет перепада уровней в колонне и пульсационной камере) в обратном направлении – вниз по колонне. В течение этого периода поток в соплах перемешивает хладагент II в нижних частях секций.

Конфигурация и расположение перетоков 6 и геометрические параметры секций обеспечивают создание стабильных контуров циркуляции жидкости в секциях. Сырьевой поток, движение которого вверх от секции к секции

обусловлено непрерывной подачей в аппарат сырья и хладагента, охлаждается по мере разбавления; образующаяся суспензия III перетекает (во время импульса) через штуцер 10 в приемную емкость, откуда насосом подается в испарительные скребковые кристаллизаторы для охлаждения до температуры фильтрования. Температура суспензии на выходе из кристаллизатора, как правило, составляет от плюс 5 до минус 5 °С, в зависимости от кратности разбавления сырья хладагентом, начальной температуры сырья и температуры хладагента. В свою очередь, эти параметры зависят от вида сырья, применяемого растворителя и определяются при разработке технологии процесса в целом.

Для создания импульсов инертного газа в пульсационной камере кристаллизатор оснащается пульсационной системой, основным элементом которой является пульсатор. Ниже приведены принцип работы пульсатора и описание пульсационной системы.

Специально разработанный мембранный пульсатор оригинальной конструкции предназначен для преобразования непрерывного потока сжатого газа в импульсы с заданной частотой и соотношением продолжительности импульса и выхлопа.

Пульсационная система включает (рис. 4.5): 1 – электронный генератор сигналов управления; 2, 3 – пневмораспределители с электроприводом; 4 – мембранный пульсатор; 5 – регулятор давления сжатого воздуха (редуктор пневматический).

Пульсационная система задает режим работы пульсатора, при котором обеспечивается периодическая подача сжатого газа в пульсационную камеру аппарата и его сброс в линию выхлопа.

В электронном генераторе сигналов управления 1 задается время включенного состояния электромагнитных пневмораспределителей 2, 3, что определяет частоту и продолжительность управляющих пневматических сигналов, действующих на исполнительные механизмы пульсатора 4 – эластичные мембраны, перекрывающие группы сопел пульсатора в заданной последовательности. Тем самым определяется последовательность поочередного соединения линии, ведущей в пульсационную камеру, с линией сжатого газа и выхлопным трубопроводом, и, как следствие, – частота пульсации жидкости в пульсационной камере и соотношение продолжительности импульса и выхлопа. Размах колебаний жидкости в пульсационной камере зависит от давления инертного газа, поступающего в пульсатор, и гидравлических характеристик системы пульсационная камера – кристаллизатор.

Сжатый воздух под давлением 0,2–0,3 МПа для управления пульсатором поступает к регулятору 5 от системы питания КИП и А. Давление воздуха задается на 0,03–0,04 МПа выше давления инертного газа в линии VIII.

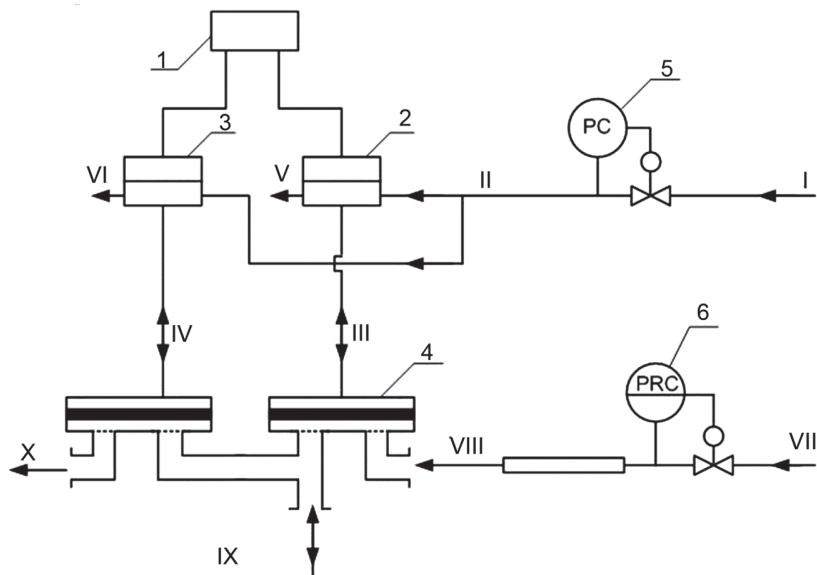


Рис. 4.5. Принципиальная схема включения мембранного пульсатора:

I – генератор сигналов управления электронный; 2, 3 – пневмораспределители с электроприводом; 4 – мембранный пульсатор; 5 – регулятор давления сжатого воздуха (редуктор пневматический); 6 – регулятор давления инертного газа;
I – сжатый воздух системы КИП и А; *II* – сжатый воздух заданного давления;
III, *IV* – управляющие импульсы сжатого воздуха; *V*, *VI* – выхлоп сжатого воздуха из пневмораспределителей; *VII* – сжатый инертный газ из системы питания;
VIII – сжатый инертный газ заданного давления; *IX* – импульсы инертного газа (в пульскамеру); *X* – выхлоп инертного газа в линию дыхания

На рис. 4.6 показана последовательность чередования управляющих сигналов сжатого воздуха, подаваемых на мембраны, и создаваемых импульсов давления инертного газа в пульсопроводе (линии, соединяющей пульсатор с пульсационной камерой) и пульсационной камере.

Простота управления пульсатором обеспечивает возможность регулирования в широких пределах частоты пульсации и соотношения продолжительности импульса и выхлопа.

4.1.3. Математическое описание тепловых и гидродинамических процессов в пульсационном кристаллизаторе. Методика теплового и гидравлического расчета кристаллизатора

Тепловой расчет кристаллизатора смешения сводится к определению расхода хладагента (охлажденного растворителя и фильтрата второй ступени)

в каждую секцию аппарата и минимального объема секции, исходя из параметров предварительно определенных экспериментально-посекционного температурного профиля и скорости охлаждения сырьевого потока, заданного расхода сырья и хладагента, а так же от их начальной температуры.

Расчет проводится таким образом, что, в случае необходимости, корректируется предварительно принятое количество секций кристаллизатора. Разработанное математическое описание процесса теплообмена в кристаллизаторе и соответствующая методика теплового расчета изложены в работе [97].

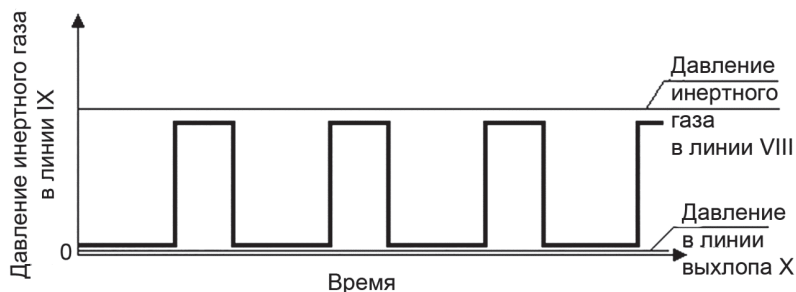


Рис. 4.6. Диаграмма давления управляющих сигналов и давления в пульскамере (диаграмма упрощенная)

Удельная теплоемкость сырьевой смеси является функцией двух переменных: концентрации сырья в растворе и температуры. Характер этой зависимости аналогичен для всех видов парафинсодержащего сырья, однако, конкретные значения зависят от фракционного состава сырья, содержания в нем парафинов и используемого в процессе растворителя. Поэтому необходимый для расчета набор данных по теплоемкости сырьевой смеси определяется экспериментально в каждом конкретном случае [97].

Схема секции кристаллизатора с обозначением основных потоков показана на рис. 4.7.

Тепловой баланс i -й секции запишется в виде:

$$G_{i-1}C(x,T)_{\substack{x=x_{i-1} \\ T=T_{i-1}}} T_{i-1} + G_{x,i}C_x T_x = G_i C(x,T)_{\substack{x=x_i \\ T=T_i}} T_i, \quad (4.6)$$

где G_{i-1} , G_i – расход сырьевой смеси на входе и выходе i -й секции, кг/с;
 $C(x,T)_{\substack{x=x_{i-1} \\ T=T_{i-1}}}$, $C(x,T)_{\substack{x=x_i \\ T=T_i}}$ – удельная теплоемкость сырьевой смеси на вхо-

де и выходе i -й секции при соответствующей концентрации сырья и температуре, Дж/(кг·°C);

T_{i-1} , T_i – температура на входе и выходе i -й секции, °C;

$G_{x,i}$ – расход хладагента (растворителя или фильтрата второй ступени) в i -ю секцию, кг/с;
 C_x – теплоемкость хладагента, Дж/(кг·°C);
 T_x – температура хладагента, °C.

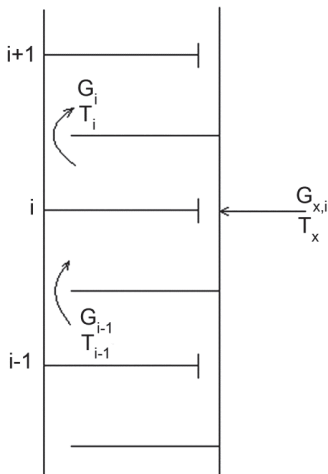


Рис. 4.7. Схема секций пульсационного кристаллизатора (пояснения в тексте)

Концентрации сырья в смеси на входе и выходе i -й секции равны:

$$x_{i-1} = \frac{G_c}{\left(G_c + \sum_{j=1}^{j=i-1} G_{x,j} \right)}, \quad \begin{pmatrix} i & 1, 2, 3 \dots M \\ j & 1, 2, 3 \dots i \end{pmatrix} \quad (4.7)$$

$$x_i = \frac{G_c}{\left(G_c + \sum_{j=1}^{j=i} G_{x,j} \right)}, \quad (4.8)$$

где G_c – расход сырья, кг/с;

M – количество секций в кристаллизаторе.

Теплоемкость сырьевой смеси при различных температурах и концентрациях сырья представляется в виде двухмерного массива. Посекционный расход растворителя определяется следующим образом: по предварительно принятой величине расхода хладагента $G_{x,j}$ по уравнению (4.8) рассчитывается концентрация x_i , соответствующее значение теплоемкости определяется из указанного массива интерполяцией.

Значения

$$G_{x,i}, G_i = G_{i-1} + G_{x,i} \text{ и } C(x, T) \frac{x-x_i}{T-T_i}$$

подставляются в уравнение (4.6). Дальнейший расчет ведется методом последовательных приближений до достижения заданного расхождения между левой и правой частью уравнения (4.6).

Тепловой расчет кристаллизатора проводится после определения технологических параметров процесса депарафинизации. Причем проводимый по описанной методике тепловой расчет является предварительным, т. к. в нем не учитывается обратное движение потока в аппарате при пульсации. Поток сырьевой смеси в секциях G_i принят однонаправленным. Коррекция температурного профиля в кристаллизаторе с учетом влияния возвратно-поступательного движения, обусловленного пульсацией среды в аппарате, производится после гидравлического расчета, в результате которого определяют объем и частоту пульсирующего потока. В результате гидравлического расчета также определяется необходимая масса жидкости, совершающей колебательные движения в пульсационной камере, размер сопел и скорости сырьевой смеси в соплах, исходя из заданного расхода сырья и рассчитанного посекционного расхода растворителя, частоты пульсации и соотношения продолжительности импульса и выхлопа.

Скорость движения смеси в соплах и производительность пульсационной системы должны при этом обеспечивать требуемую интенсивность перемешивания в секциях кристаллизатора.

Схема аппарата для гидравлического расчета с обозначением соответствующих потоков приведена на рис. 4.8.

Для создания возвратно-поступательного движения в соплах масса сырьевой смеси, выходящей при импульсе из M -й секции, должна быть такой, чтобы размах колебаний в верхней части аппарата соответствовал сумме масс суспензии, выходящей через сливной штуцер кристаллизатора, равной суммарному поступлению сырья и растворителя в колонну за полный цикл пульсации $t_u + t_v(t_u, t_v)$ – продолжительность импульса и выхлопа, соответственно, с – $\left(G_c + \sum_{i=1}^M G_{x,i} \right) (t_u + t_v)$ и некоторой минимальной величины $G_{v,min}$, превосходящей в заданное количество k раз массу растворителя, поступающего в M -ю секцию за время выхлопа – $G_{x,i} \cdot t_v$.

Эти два условия обеспечивают то, что за время импульса происходит выход из кристаллизатора количества суспензии, соответствующей производительности аппарата за полный цикл пульсации, а за период выхлопа происходит обратный переток жидкости в верхнем сопле в заданное количество раз превосходящей

массу растворителя (наибольшую из всех секций), поступающего в это сопло. Второе условие выбрано с учетом того, что при выхлопе масса перетекающей через сопла жидкости нарастает вниз от секции к секции, а количество растворителя, подаваемого в эти секции, снижается.

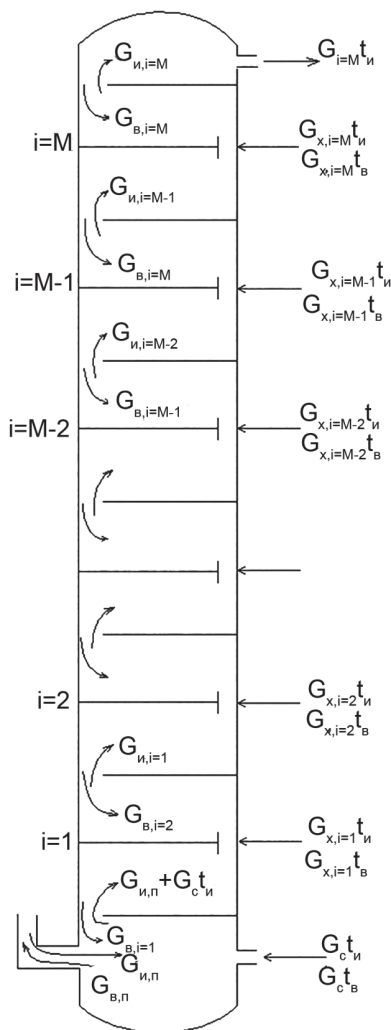


Рис. 4.8. Схема потоков в пульсационном кристаллизаторе (пояснения в тексте)

Следовательно, задавшись

$$G_{\epsilon, \min} = k \cdot G_{x, i \ M} \cdot t_{\epsilon}, \text{ кг} \quad (4,9)$$

получим

$$G_{u,i \ M} = G_{e,\min} + \left(G_c + \sum_{i=1}^M G_{x,i} \right) (t_u + t_e), \text{ кг}, \quad (4.10)$$

где $G_{u,i=M}$ – масса суспензии, выходящей при импульсе из М-й секции, кг.

Тогда необходимая масса жидкости, вытесняемой из пульсационной камеры при импульсе, удовлетворяющая приведенным выше условиям (с учетом того, что масса перетекающей через сопла суспензии нарастает снизу вверх от секции к секции), равна:

$$G_{u,n} = G_{u,i \ M} - \left(G_c + \sum_{i=1}^M G_{x,i} \right) t_u, \text{ кг}. \quad (4.11)$$

Соответствующий объем жидкости, совершающий колебания в пульсационной камере:

$$V_{u,n} = \frac{G_{u,n}}{\rho}, \text{ м}^3, \quad (4.12)$$

где ρ – средняя плотность сырьевой смеси в аппарате, кг/м³.

Масса перетекающей через сопла суспензии в i -й секции, равна:

$$G_{u,i} = G_{u,n} + \left(G_c + \sum_{j=1}^i G_{x,j} \right) t_u, \text{ кг}, \quad \begin{matrix} (j=1,2,3\dots i) \\ (i=1,2,3\dots M) \end{matrix}. \quad (4.13)$$

При выхлопе масса перетекающей через сопла суспензии в i -й секции:

$$G_{e,i} = G_{e,\min} + \sum_{j=M}^i G_{x,j} \cdot t_e, \text{ кг}, \quad \begin{matrix} (j=M, M-1, M-2\dots i) \\ (i=M, M-1, M-2\dots 1) \end{matrix} \quad (4.14)$$

Масса жидкости, поступающей в пульсационную камеру при выхлопе:

$$G_{e,n} = G_{e,i \ 1} + G_c \cdot t_e, \text{ кг}. \quad (4.15)$$

Выполнение условия $G_{u,n} = G_{e,n}$ является подтверждением справедливости проведенных расчетов.

Так как наибольшая масса перетекающей в сопле смеси приходится на М-ую секцию при импульсе, площадь сечения сопла рассчитывается по формуле:

$$F_c = \frac{G_{u,i \ M}}{(t_u \cdot \rho \cdot W_{\max})}, \quad (4.16)$$

где F_c – площадь сечения сопла, м²;

W_{\max} – максимальная допустимая скорость движения потока в соплах, м/с.

Тогда радиус патрубка сопла равен

$$R_c = 0,5 \left(\frac{F_c}{0,39} \right)^{0,5}. \quad (4.17)$$

Скорость движения сырьевой смеси в i -м сопле при импульсе и выхлопе равна:

$$W_{u,i} = \frac{G_{u,i}}{(F_c \cdot \rho \cdot t_u)}, \text{ м/с}; \quad (4.18)$$

$$W_{\theta,i} = \frac{G_{\theta,i}}{(F_c \cdot \rho \cdot t_{\theta})}, \text{ м/с}. \quad (4.19)$$

Пульсационное перемешивающее устройство должно обеспечивать заданную интенсивность перемешивания [22, 23, 98]. В случае секционированного аппарата интенсивность перемешивания может быть оценена скоростью течения жидкости в сопле и отношением объема секции к производительности пульсационного перемешивающего устройства [22]:

$$I = \frac{V_o}{(V_{u,n} \cdot f)}, \text{ с}, \quad (4.20)$$

где f – частота пульсации (колебаний уровня в пульсационной камере), с^{-1} ;
 V_o – объем секции аппарата, м^3 .

В случае невыполнения условия заданной интенсивности перемешивания корректируется объем $V_{u,n}$ с последующим расчетом по формулам (4.9) – (4.19).

Значения частоты пульсации f и соотношения продолжительности импульса и выхлопа t_u, t_{θ} принимаются по рекомендациям для пульсационного перемешивания в колонных аппаратах [22, 23].

Величина k (в формуле 4.9), максимальная скорость движения смеси в соплах W_{\max} и критерий интенсивности перемешивания I определяются экспериментально.

Расходы потоков в секции принимаются по данным теплового расчета.

К гидравлическому расчету относится расчет пульсационной системы кристаллизатора.

Схема для расчета пульсационной системы показана на рис. 4.9.

Для обеспечения требуемого режима колебаний жидкости в системе (пульсационная камера, соединительный трубопровод, кристаллизатор) разность уровней в аппарате и пульсационной камере должна обеспечивать перемещение сырьевой смеси в течение времени выхлопа t_{θ} .

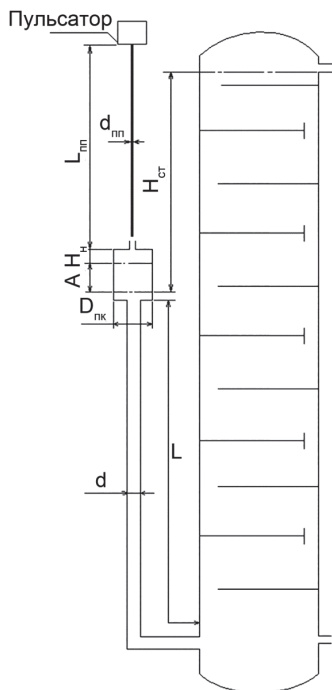


Рис. 4.9. Схема пульсационного кристаллизатора для расчета пульсационной системы (пояснения в тексте)

Формула для определения величины разности уровней получена из соответствующих уравнений [132]:

$$H_{CT} = \frac{\sum_{i=1}^M G_{\theta,i}^2}{(2gM\rho^2 t_{\theta}^2)} \left[\frac{1}{(\mu_n \omega_n)^2} + \frac{1}{(\mu_n \omega_n)^2} \right] + \frac{W^2}{(2g) \left(1 + \frac{\lambda L}{d} + \sum \zeta \right)}, \text{ м}, \quad (4.21)$$

где μ_n , μ_n — коэффициент расхода сопла и перетока;
 ω_n , ω_n — площадь сопла и перетока, соответственно, м^2 ;
 W — скорость движения жидкости (во время выхлопа) в трубопроводе, соединяющем пульсационную камеру с кристаллизатором, м/с ;
 λ — коэффициент трения;
 L — длина трубопровода от пульсационной камеры до кристаллизатора, м ;
 d — диаметр трубопровода, м ;
 $\sum \zeta$ — сумма коэффициентов местных сопротивлений в трубопроводе;
 g — ускорение свободного падения, м/с^2 .

Остальные обозначения приведены ранее.

То есть потеря напора при перемещении смеси из кристаллизатора в пульсационную камеру в течение выхлопа складывается из потери напора на истечение через «насадки» – сопла и «отверстия в плоской стенке» – перетоки в перегородках – и потери напора в трубопроводе, соединяющем пульсационную камеру и кристаллизатор.

Следует отметить, что давление над уровнем жидкости в кристаллизаторе и давление в выхлопной линии принимается равным атмосферному.

Давление инертного газа для перемещения сырьевой смеси вверх по кристаллизатору (во время импульса) должно быть не меньше величины давления столба жидкости, обусловленного наличием разности уровней в корпусе и пульсационной камере, и потери напора на преодоление гидравлических сопротивлений системы.

Давление на преодоление сопротивления трубопровода и корпуса рассчитывается по аналогии с определением этой величины во время выхлопа:

$$P_{\Gamma} = \rho g \left\{ \frac{\sum_{i=1}^M G_{u,i}^2}{(2gM\rho^2 t_u^2)} \left[\frac{1}{(\mu_n \omega_n)^2} + \frac{1}{(\mu_n \omega_n)^2} \right] + \frac{W^2}{(2g)(1 + \lambda L/d + \sum \zeta)} \right\}, \text{ н.} \quad (4.22)$$

Тогда давление импульса должно быть не меньше:

$$P_u = P_{\Gamma} + \rho g H_{cm}. \quad (4.23)$$

Общий расход газа (кг/ч) на пульсацию определится по формуле [23]:

$$Q_n = 3600 \rho_n f \left[V_{n.mp} \left(\frac{P_{\max}}{100 - 1} \right) + \frac{V_{umf} P_{\max}}{100} \right], \quad (4.24)$$

где $V_{n.mp}$ – объем пульсационного тракта, м³;

V_{umf} – объем импульса в пульсационной камере, м³;

ρ_n – плотность газа при нормальных условиях, кг/м³ (для инертного газа установок депарафинизации и обезмасливания, включающего, в основном, азот и углекислый газ, расчетная плотность $\rho_n = 1,4$ кг/м³);

P_{\max} – абсолютное давление пульсации, кПа.

Причем P_{\max} находится как сумма атмосферного давления (в кПа) и давления P_u , определяемого по формуле (4.23):

$$P_{\max} = P_a + P_u. \quad (4.25)$$

Объем импульса равен (см. рис. 4.9):

$$V_{имп} = 0,785AD_{нк}^2, \quad (4.26)$$

где A – размах колебаний среды в пульсационной камере, м;
 $D_{нк}$ – диаметр пульсационной камеры, м.

Объем пульсационного тракта определяется как сумма объема пульсопровода (трубопровода, соединяющего пульсатор с пульсационной камерой) и свободного объема пульсационной камеры, не заполняемого жидкостью:

$$V_{н.мп} = 0,785(L_{мп}d_{мп}^2 + H_{н}D_{нк}^2), \quad (4.27)$$

где $L_{мп}$, $d_{мп}$ – длина и диаметр пульсопровода, м;
 $H_{н}$ – высота не заполняемой части пульсационной камеры, м.

Таким образом расчет пульсационной системы, являющейся частью гидравлического расчета, выполняется для определения давления инертного газа, необходимого для осуществления пульсации, и высоты установки пульсационной камеры (по отношению к уровню суспензии в кристаллизаторе). Исходя из потребляемого количества инертного газа Q_n , давления газа на пульсацию P_u и частоты пульсации f рассчитываются параметры пульсатора.

Для оценки энергозатрат на пульсацию определяют удельный расход энергии на сжатие газа и расчетную мощность компримирования его требуемого количества.

Удельный расход энергии на адиабатическое сжатие газа [99] равен:

$$L_{ад} = \frac{k}{(k-1)}RT_1 \left[\left(\frac{P_2}{P_1} \right)^{\frac{k-1}{k}} - 1 \right], \text{ Дж/кг}, \quad (4.28)$$

где $k = \frac{C_P}{C_V}$, для азота $k = 1,4$;

R – газовая постоянная азота $R = 297 \text{ Дж/(кг·К)}$;

T_1 – температура газа, К;

P_2 , P_1 – абсолютное давление на выкиде и приеме компрессора, соответственно, кПа.

Тогда расчетная мощность на компримирование газа:

$$N = \frac{Q_n L_{ад}}{(3600 \times 1000 \eta)}, \text{ кВт}, \quad (4.29)$$

где η – КПД компрессора.

Как указывалось выше, после гидравлического расчета производится уточнение температурного профиля в кристаллизаторе с учетом пульсации среды в нем.

Температура в i -й секции определяется из уравнения ее теплового баланса за некоторый период t (уравнение получено после некоторых упрощений):

$$T_i = \frac{(G_{s,i+1}T_{i+1}f + G_{u,i-1}T_{i-1}f + G_{x,i}T_{x,i})}{[f(G_{u,i} + G_{s,i})]}, \quad (i = M, M-1, M-2 \dots 2), \quad (4.30)$$

где $T_{x,i}$ – температура хладагента подаваемого в данную секцию, °C.

Остальные обозначения приведены выше по тексту и на рис. 4.8, 4.9.

Для первой секции $i = 1$ температура определяется по формуле:

$$T_{i=1} = \frac{(G_c T_c + G_{s,n} T_{i=2} f)}{G_{u,n} f}, \quad (4.31)$$

где T_c – температура сырья, °C.

Расчет ведется от секции $i = M$, где температура не зависит от пульсации потока и определяется только конечным количеством хладагента и его температурой, до секции $i = 1$. Методом последовательных приближений расчет температуры от секции к секции повторяется до тех пор, пока разность между последовательно определенными значениями температуры в 1-й секции не сводится к заданной величине.

По приведенным методикам теплового и гидравлического расчета кристаллизатора, основанным на разработанных математических моделях соответствующих процессов, определяются оптимальные размеры секций аппарата и их количество, режимы подачи хладагента в аппарат и пульсации, обеспечивающие заданную скорость охлаждения сырьевого потока и интенсивность перемешивания в секциях.

4.1.4. Процессы депарафинизации и обезмасливания, основанные на применении пульсационных кристаллизаторов

4.1.4.1. Процесс депарафинизации рафинатов

На установках депарафинизации 39/8, 39/4 ООО «Новокуйбышевский завод масел и присадок» (ООО «НЗМП») в 2004 и 2005 гг. введены в эксплуатацию пульсационные кристаллизаторы [104, 106, 109].

Установки работают в режиме трехступенчатой депарафинизации. Принципиальная технологическая схема процесса после включения пульсационного кристаллизатора показана на рис. 4.10. Краткое описание схемы приведено ниже.

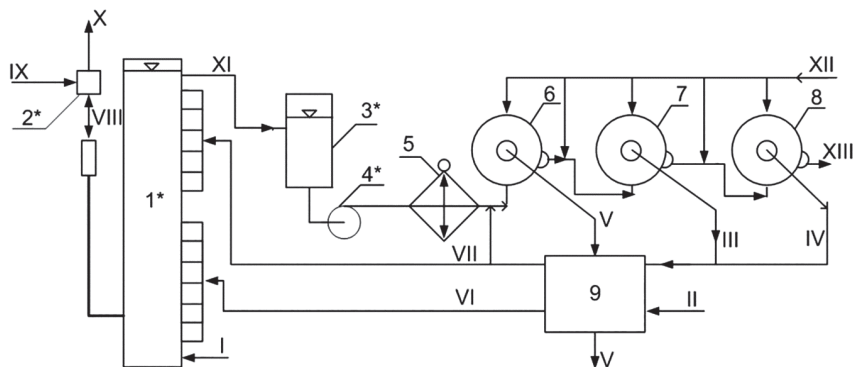


Рис. 4.10. Принципиальная технологическая схема включения пульсационного кристаллизатора на установках 39/8, 39/4 ООО «НЗМП»:

- 1 – пульсационный кристаллизатор; 2 – пульсатор; 3 – емкость; 4 – насос;
 5 – испарительные кристаллизаторы; 6, 7, 8 – фильтры 1, 2, 3 ступеней;
 9 – блок теплообмена и получения хладагентов;
 I – сырье; II – влажный растворитель; III, IV – фильтраты 2, 3 ступеней;
 V – фильтрат первой ступени; VI, VII – хладагенты в пульсационный кристаллизатор;
 VIII – импульсы сжатого инертного газа; IX, X – инертный газ в пульсатор и линию выхлопа;
 XI – суспензия из пульсационного кристаллизатора; XII – сухой растворитель на промывку
 и разбавление осадков; XIII – осадок гача (или парафина);
 * – вновь установленное оборудование

Сырье I поступает в пульсационный кристаллизатор 1, где смешивается с охлажденным влажным растворителем VI и смесью фильтратов второй и третьей ступени VII. Перемешивание сырья с хладагентами осуществляется за счет пульсационного воздействия, создаваемого пульсатором 2, преобразующим поток сжатого инертного газа IX в пневматические импульсы VIII.

Влажный растворитель II охлаждается фильтратом первой ступени V в блоке 9 существующего теплообменного оборудования утилизации холода отходящих потоков.

Для охлаждения влажного растворителя используются существующие регенеративные скребковые кристаллизаторы при отключенных приводах скребковых валов, по существу выполняющие функции теплообменников типа «труба в трубе». Скребковые валы и их приводы были демонтированы.

Полученная в пульсационном кристаллизаторе суспензия XI поступает самотеком в промежуточную емкость 3, откуда насосом 4 подается в испарительные

скребковые кристаллизаторы 5. Далее суспензия фильтруется в три ступени с получением фильтрата первой ступени V и осадка гача (или парафина) XIII. После утилизации холода этих потоков они поступают в отделение регенерации растворителя.

Особенность организации системы теплообмена в блоке получения хладагентов для пульсационного кристаллизатора позволяет обойтись без применения сухого растворителя. В этом блоке использовано имеющееся на установке теплообменное оборудование.

В табл. 4.3, 4.4, 4.5 приведены основные физико-химические свойства перерабатываемого на установке 39/8 сырья и результаты внедрения пульсационного кристаллизатора.

Таблица 4.3

Основные физико-химические свойства сырья

Наименование показателей	Значение показателей	
	Средневязкий рафинат	Вязкий рафинат
Плотность при 20 °С, кг/м ³	865	883
Температура плавления, °С	22–26	38–40
Содержание парафинов, % мас.	14–16	13–15
Пределы выкипания, °С	340–430	370–500
Показатель преломления	1,4962	1,5030
Вязкость кинематическая, мм ² /с при 100 °С	4–7	7–11

Таблица 4.4

**Результаты анализов продуктов разделения суспензии из рафината фр. 340–430 °С.
Выходы депарафинированных масел. Установка 39/8**

Показатели	Депарафинированное масло	Парафин (гач)
При применении пульсационного кристаллизатора		
Температура застывания, °С	–(15–18)	–
Содержание масла, % (мас.)	–	1,5–2,5
Температура плавления, °С	–	50–51
Выход депарафинированного масла, % мас.	83–84	–
При применении регенеративных скребковых кристаллизаторов		
Температура застывания, °С	–15	–
Содержание масла, % (мас.)	–	12–15
Температура плавления, °С	–	46,5–50,0
Выход депарафинированного масла, % мас.	79–80	–

**Обобщенные показатели работы установки 39/8 до и после внедрения
пульсационного кристаллизатора**

Наименование показателей	Значение показателей при применении	
	регенеративных скребковых кристаллизаторов	кристаллизатора пульсационного смешения
1. Количество используемых в процессе кристаллизации регенеративных скребковых кристаллизаторов типа КРС-35-40СД (с суммарной поверхностью теплопередачи 210 м ²)	3	—
2. Масса регенеративных скребковых кристаллизаторов, используемых в процессе кристаллизации, т	90	—
3. Масса вновь устанавливаемого основного оборудования: кристаллизатора пульсационного смешения и промежуточной емкости, т	—	18 + 7,5 = 25,5
4. Количество аммиачных скребковых кристаллизаторов для охлаждения суспензии до температуры фильтрования	6	5
5. Количество барабанных вакуумных фильтров (с единичной поверхностью 50 м ²), задействованных для разделения парафиновой суспензии на:		
1-й ступени депарафинизации	3	3
2-й ступени депарафинизации	1	1
3-й ступени депарафинизации	1	1

Внедрение пульсационного кристаллизатора в процесс депарафинизации обеспечило следующие преимущества:

- увеличение отбора депарафинированного масла на 3–5 % мас. при снижении содержания масла в осадке третьей ступени с 12–15 до 1,5–2,5 % мас. – более чем в 6 раз;
- повышение температурного эффекта депарафинизации (снижение разности между температурами фильтрования на первой ступени и застывания депарафинированного масла) за счет улучшения фильтрационных характеристик получаемой суспензии позволило повысить температуру охлаждения в аммиачных кристаллизаторах с минус 25–27 до 20–22 °С при получении депарафинированного масла с температурой застывания минус (15–18) °С;
- функциональная замена всех регенеративных скребковых кристаллизаторов одним пульсационным кристаллизатором (также выключен из работы один из шести аммиачных кристаллизаторов) – повышение

надежности кристаллизационного оборудования за счет упрощения конструкции аппарата и технологии получения парафиновых суспензий, снижение энергопотребления блока кристаллизации;

- снижение эксплуатационных затрат на ремонт и обслуживание скребковых кристаллизаторов благодаря сокращению их общего количества – в работе остаются только испарительные скребковые кристаллизаторы для охлаждения суспензии до температуры фильтрования;
- сокращение потерь избирательных растворителей за счет более высокой герметичности пульсационного кристаллизатора по сравнению с регенеративными скребковыми кристаллизаторами (отсутствия уплотнения валов скребковых механизмов), т. е. повышение экологической безопасности производства.

С момента начала эксплуатации пульсационный кристаллизатор не подвергался горячей промывке ни одного раза. При этом не были отмечены изменения давления в нижней части кристаллизатора и температурного профиля в аппарате, что свидетельствует об отсутствии отложения парафина в секциях.

Кристаллизатор, пульсатор, система получения и подачи хладагента показали высокую надежность в эксплуатации.

Аналогичные показатели были получены на установке 39/4.

В 2011 г. был введен в эксплуатацию пульсационный кристаллизатор на установке депарафинизации 39/6-4 филиала ООО «Газпромнефть-СМ» «Омский завод смазочных масел». Установка работает, в основном, в режиме двухступенчатой депарафинизации, при необходимости включается третья ступень фильтрования. Принципиальная схема отделений кристаллизации и фильтрования приведена на рис. 4.11. В отличие от рис. 4.10 на схеме рис. 4.11 (в качестве примера конкретного решения применительно к данной установке) показано теплообменное оборудование утилизации холода фильтрата первой ступени депарафинизации.

Сырье (рафинат), предварительно разбавленное небольшим количеством влажного растворителя, подается в водяной холодильник погружного типа 1. Далее сырьевая смесь поступает под нижнюю секцию пульсационного кристаллизатора 2. Основное количество влажного растворителя охлаждается частью потока фильтрата первой ступени фильтрования в трех регенеративных скребковых кристаллизаторах 3, выполняющих функции теплообменников типа «труба в трубе». Приводы скребков этих кристаллизаторов отключены, три регенеративных кристаллизатора из шести ранее включенных в схему охлаждения сырьевого потока, демонтированы.

Охлажденный влажный растворитель подается в нижний коллектор пульсационного кристаллизатора 2. Вторым хладагентом, поступающим из фильтров 8

в верхний коллектор КСП, является фильтрат второй ступени депарафинизации (или смесь фильтратов второй и третьей ступеней фильтрования при трехступенчатой депарафинизации). Полученная в КСП суспензия самотеком поступает в промежуточную емкость 4 и далее насосом 5 прокачивается через пять аммиачных кристаллизаторов 6.

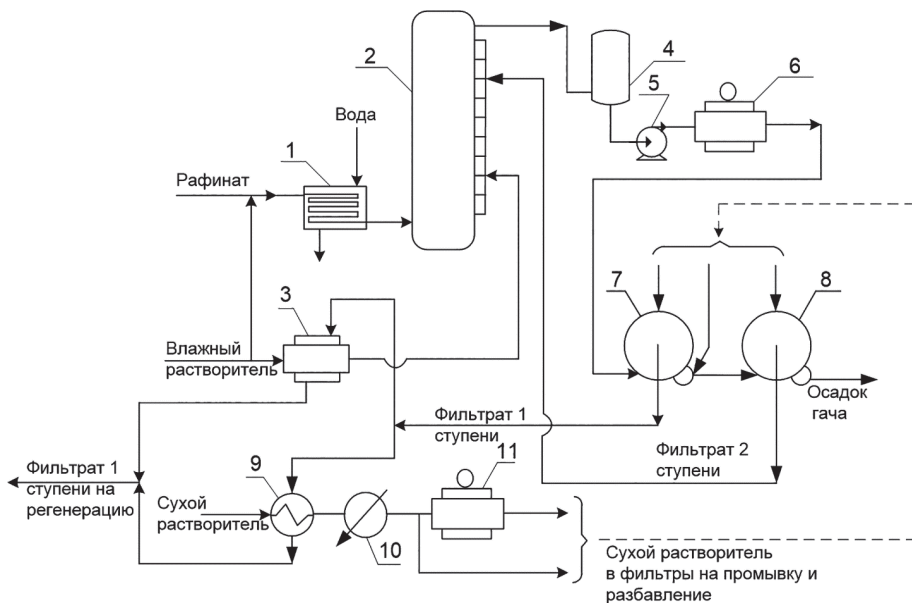


Рис. 4.11. Принципиальная схема отделений кристаллизации и фильтрования
(пояснения в тексте)

Охлажденная в них до заданной температуры суспензия направляется на фильтры первой ступени депарафинизации 7. Фильтрат первой ступени фильтрования разделяется на два потока, один из которых охлаждает влажный растворитель в кристаллизаторах 3, второй поток последовательно проходит два кожухотрубчатых теплообменника 9, в которых охлаждает сухой растворитель. Затем сухой растворитель подвергается дополнительному охлаждению в двух аммиачных кожухотрубчатых холодильниках 10 и аммиачном кристаллизаторе 11 с отключенным приводом скребковых валов. Охлажденные потоки сухого растворителя при заданных температурах поступают в фильтры 7 и 8 на промывку и разбавление осадков (в шнеки).

Смесь потоков фильтрата первой ступени после прохождения аппаратов 3 и 9 поступает в отделение регенерации растворителя, куда также направляется осадок гача второй (или третьей) ступени депарафинизации.

Основные физико-химические характеристики сырья приведены в табл. 4.6. Сопоставление показателей технологического режима и качества получаемой продукции до и после внедрения КСП представлено в табл. 4.7.

Полученные на установке 39/6-4 показатели представляют дополнительный интерес ввиду существенного отличия перерабатываемого сырья по потенциальному содержанию парафинов – низких значений в сравнении с установкой 39/8 ООО «НЗМП» (см. табл. 4.3, 4.6).

Очень важно, что по результатам эксплуатации установки 39/6-4 предприятием были предоставлены показатели удельного потребления основных энергоносителей до и после внедрения кристаллизатора пульсационного смешения (КСП).

Таблица 4.6

Основные физико-химические характеристики сырья

Показатели	Средневязкий рафинат	Вязкий рафинат	Остаточный рафинат
Плотность при 20 °С, кг/м ³	861	879	892
Пределы выкипания, °С	330–465	350–510	Нет данных
Содержание парафинов, % мас.	8-9	8–9	
Показатель преломления n_D^{20}	1,4667	1,4735	1,4835
Вязкость кинематическая, мм ² /с			
при 50 °С	17,93	–	–
при 100 °С	–	6,86	22,3

Сопоставление показателей, приведенных в табл. 4.7, позволяет отметить следующие преимущества внедрения пульсационного кристаллизатора:

- общая кратность растворителя к сырью снизилась при переработке средневязкого рафината – на 26,6 %, вязкого рафината – на 24,8 %, остаточного рафината – на 10,1 %;
- отбор депарафинированного масла повысился на 4–6 и 1–2 % мас. для дистиллятного и остаточного сырья, соответственно, при требуемой температуре его застывания;
- содержание масла в гаче (петролатуме) второй ступени фильтрования в среднем снизилось в 4–4,6 раза при переработке дистиллятного сырья и в 1,4 раза при переработке остаточного рафината;
- частота прогревов скребковых кристаллизаторов сократилась вдвое, так как в процесс охлаждения сырьевого потока включены только аммиачные кристаллизаторы, что позволило стабилизировать режим получения парафиновых суспензий и их фильтрования.

Таблица 4.7

Показатели технологического режима и качества получаемой продукции до и после внедрения КСП

Показатели	Значения показателей при переработке рафинатов					
	средневязкого		вязкого		остаточного	
	До внедрения КСП	После внедрения КСП	До внедрения КСП	После внедрения КСП	До внедрения КСП	После внедрения КСП
Производительность установки по сырью, $\text{м}^3/\text{ч}$	24	24	24	24	17	14*
Расход влажного растворителя на разбавление сырья перед холодильником 1, $\text{м}^3/\text{ч}$	12	5	12	5	14	10
Расход на разбавление сырья в скребковые кристаллизаторы, $\text{м}^3/\text{ч}$	25	–	32	–	28	–
Расход влажного растворителя фильтра 2-й ступени	28	–	35	–	28	–
Расход в КСП, $\text{м}^3/\text{ч}$:						
влажного растворителя	–	18	–	20	–	16
фильтра 2-й ступени	–	25	–	25	–	26
Объемная кратность разбавления сырья влажным растворителем и фильтратом 2-й ступени перед первой ступенью фильтрации	2,71:1	2:1	3,29:1	2,08:1	4,12:1	3,71:1
Температура потоков, подаваемых в КСП, $^{\circ}\text{C}$ (средние значения)						
влажного растворителя	–	–5...–8	–	–5...–8	–	–5...–8
фильтра 2-й ступени	–	+3...–5	–	+3...–5	–	0...+6

Продолжение таблицы 4.7

Показатели	Значения показателей при переработке рафинатов					
	средневязкого		вязкого		остаточного	
	До внедрения КСП	После внедрения КСП	До внедрения КСП	После внедрения КСП	До внедрения КСП	После внедрения КСП
Расход фильтра, м ³ /ч: 1-й ступени 2-й ступени	75–85 25–30	75–85 25–30	75–85 25–30	80–90 30–35	70–75 25–28	60–65 25–30
Расход растворителя, подаваемого на промывку и в шнеки, м ³ /ч						
на промывку в фильтры 1-й и 2-й ступеней	28	24	28	28	28	24
в шнеки фильтров 1-й ступени	18	14	20	16	18	15
Общее количество циркулирующего в системе растворителя, м ³ /ч (объемная кратность к сырью)						
влажного	37 / (1,54:1)	23 / (0,96:1)	44 / (1,83:1)	25 / (1,04:1)	42 / (2,47:1)	26 / (1,86:1)
сухого	46 / (1,92:1)	38 / (1,58:1)	48 / (2:1)	44 / (1,83:1)	46 / (2,71:1)	40 / (2,86:1)
влажного и сухого	83 (3,46:1)	61 (2,54:1)	92 (3,83:1)	69 (2,88:1)	89 (5,24:1)	66 (4,71:1)
Конечная температура растворителей, охлажденных фильтратом 1-й ступени, °С:						
влажного растворителя, подаваемого в КСП	–	–5...–8	–	–5...–8	–	–5...–8
сухого растворителя на входе в аммиачные холодильники	+32	+15	+32	+18	+30	+25

Примечания:

Также были обеспечены преимущества, полученные при внедрении КСП в ООО «НЗМП». Один пульсационный кристаллизатор функционально заменил все (в данном случае шесть) регенеративные скребковые кристаллизаторы.

В отличие от скребковых кристаллизаторов, пульсационный кристаллизатор практически не нуждается в прогревах и горячих промывках. Простота конструкции пульсационного кристаллизатора свела к минимуму эксплуатационные затраты на его ремонт и обслуживание. Исключены потери растворителей за счет полной герметичности пульсационного кристаллизатора (отсутствия уплотнения валов скребковых механизмов и прочих источников возможных утечек) – повышена экологическая безопасность производства и сокращены расходы на компенсацию потерь растворителя.

Существенное снижение кратности растворителя к сырью привело к значительному сокращению энергопотребления на установке. Снижение расходных показателей на 1 т депарафинированного масла после внедрения КСП представлено в табл. 4.8.

Таблица 4.8

Снижение удельного расхода энергоносителей

Статья расхода	Средневязкий рафинат	Вязкий рафинат	Остаточный рафинат
Пар, Гкал (%)	0,07 (–9,7 %)	0,31 (–33,3 %)	0,78 (–35 %)
Вода, м ³ (%)	3,64 (–17,2 %)	2,72 (–14,6 %)	8,26 (–20,7 %)
Электроэнергия, кВт·ч (%)	7,32 (–4,8 %)	7,68 (–4,9 %)	38,68 (–10,1 %)

4.1.4.2. Комбинированный процесс депарафинизации и обезмасливания

На производстве масел и парафинов КМ-2 ОАО «СЛАВНЕФТЬ-Ярославнефтеоргсинтез» (ПАО «СЛАВНЕФТЬ-ЯНОС») в ноябре 1999 г. введен в эксплуатацию пульсационный кристаллизатор. Кристаллизатор включен в процесс переработки рафината фр. 420–490 °С смеси западносибирских и ухтинских нефтей [100–102].

Секция депарафинизации КМ-2 работает по комбинированной схеме-двухступенчатая депарафинизация рафината и одна ступень обезмасливания получаемого гача. Принципиальная технологическая схема процесса после включения промышленного кристаллизатора пульсационного смешения показана на рис. 4.12.

Сырье I поступает в первую секцию кристаллизатора пульсационного смешения 1. В нижние секции кристаллизатора подается хладагент, представляющий собой фильтрат второй ступени депарафинизации II.

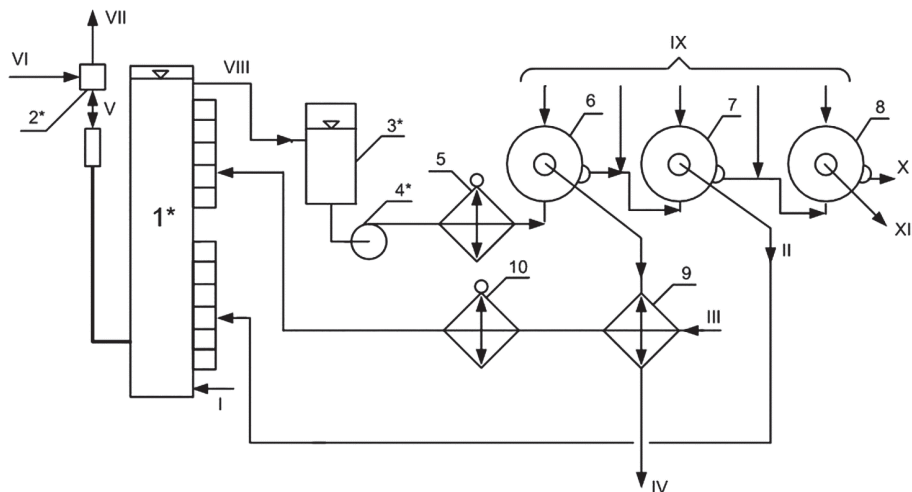


Рис. 4.12. Принципиальная технологическая схема включения пульсационного кристаллизатора на производстве КМ-2 ПАО «Славнефть – ЯНОС»:

I – пульсационный кристаллизатор; *2* – пульсатор; *3* – емкость; *4* – насос;

5 – пропановые кристаллизаторы; *6, 7, 8* – фильтры 1, 2, 3 ступеней;

9 – теплообменники; *10* – пропановый холодильник.

I – сырье; *II* – фильтрат 2-й ступени; *III* – сухой растворитель; *IV* – фильтрат 1-й ступени;

V – импульсы сжатого инертного газа; *VI, VII* – инертный газ в пульсатор и линию выхлопа;

VIII – суспензия из пульсационного кристаллизатора; *IX* – растворитель на промывку

и разбавление осадков; *X* – осадок парафина; *XI* – фильтрат 3 ступени (обезмасливания);

* – вновь устанавливаемое оборудование

Охлажденный фильтратом первой ступени *IV* в теплообменнике *9* (в этом качестве используются регенеративные скребковые кристаллизаторы при отключенных приводах скребковых валов) сухой растворитель *III* подается на охлаждение до более низкой температуры в испарительный холодильник *10* и далее поступает в последующие секции пульсационного кристаллизатора. Допустимо использование в качестве хладагента *III* смеси сухого и влажного растворителей.

Перемешивание сырьевого потока в секциях кристаллизатора *I* с потоками хладагента осуществляется импульсами инертного газа *V*, создаваемыми пульсатором *2*. Парафиновая суспензия *VIII*, полученная в кристаллизаторе *I*, самотеком поступает в промежуточную емкость *3*, откуда насосом *4* подается в испарительные (пропановые) скребковые кристаллизаторы *5*, где охлаждается до температуры первой ступени депарафинизации. Далее суспензия поступает на фильтры первой ступени фильтрации *6*. Осадок с фильтров первой ступени после репульсации охлажденным сухим растворителем (подаваемым также

на промывку осадков в фильтры) поступает на фильтры второй ступени депарафинизации 7.

Полученный в них осадок гача после разбавления растворителем подается на фильтры обезмасливания гача 8.

На рис. 4.12 отмечено оборудование, установленное дополнительно к тому, что функционировало на установке до внедрения пульсационного кристаллизатора.

Фильтрат первой ступени депарафинизации IV, осадок X и фильтрат XI из фильтров ступени обезмасливания 8 направляются в отделение регенерации растворителя с получением депарафинированного масла, парафина и фильтрата обезмасливания, соответственно.

Таким образом, включение кристаллизатора пульсационного смешения в процесс получения суспензии связано с незначительным дооборудованием установки и корректировкой технологической схемы кристаллизационного отделения.

Результаты анализов продуктов разделения суспензий, полученных после включения в работу промышленного пульсационного кристаллизатора, и при используемой ранее технологии получения парафиновых суспензий с применением регенеративных скребковых кристаллизаторов, а также достигнутые выходы депарафинированных масел приведены в табл. 4.9. В табл. 4.10 приведены обобщенные показатели процесса переработки рафината фр. 420–490 °С.

Таблица 4.9

**Результаты анализов продуктов разделения суспензии из рафината фр. 420–490 °С.
Выходы депарафинированных масел. Секция депарафинизации КМ-2**

Показатели	Депарафинированное масло	Гач второй ступени депарафинизации	Парафин (гач) ступени обезмасливания
При применении пульсационного кристаллизатора			
Температура застывания, °С	–(15–17)	–	–
Содержание масла, % (мас.)	–	4,0–5,1	1,3–1,8
Температура плавления, °С	–	–	60–62
Выход, % мас. на сырье	76–77	–	–
При применении регенеративных скребковых кристаллизаторов			
Температура застывания, °С	–(15–17)	–	–
Содержание масла, % (мас.)	–	16–18	7,0–8,2
Температура плавления, °С	–	–	59–60
Выход, % (мас.) на сырье	73–74	–	–

Обобщенные показатели процесса переработки рафината фр. 420–490 °С

Наименование показателей	Значение показателей при применении	
	регенеративных скребковых кристаллизаторов	кристаллизатора пульсационного смешения
1. Количество используемых в процессе кристаллизации регенеративных скребковых кристаллизаторов типа КРСН-340 (с суммарной поверхностью теплопередачи 1020 м ²)	3	—
2. Масса регенеративных скребковых кристаллизаторов, используемых в процессе кристаллизации, т	230,2	—
3. Масса вновь устанавливаемого основного оборудования: кристаллизатора пульсационного смешения и промежуточной емкости, т	—	18 + 7,5 = 25,5
4. Количество испарительных скребковых кристаллизаторов типа КПНК для охлаждения суспензии до температуры фильтрования (с суммарной поверхностью теплопередачи 540 м ²)	3	3
5. Количество барабанных вакуумных фильтров (с единичной поверхностью 75 м ²), необходимых для разделения парафиновой суспензии на:		
1-й ступени депарафинизации	4–5	4
2-й ступени депарафинизации	2–3	2
ступени обезмасливания гача	2	1–2

Таким образом, внедрение пульсационного кристаллизатора в комбинированный процесс депарафинизации – обезмасливания обеспечило следующие преимущества:

- получение суспензии с однородными по размерам крупными кристаллами твердой фазы привело к увеличению отбора депарафинированного масла на 2–3 % мас. при получении на стадии обезмасливания парафина с содержанием масла на уровне парафина марки Т-1 вместо вырабатываемого ранее гача с содержанием масла > 7 % мас.;
- повышение надежности кристаллизационного оборудования за счет упрощения конструкции аппарата и технологии получения парафиновых суспензий;

- снижение в 6 раз металлоемкости кристаллизационного оборудования за счет замены всех регенеративных скребковых кристаллизаторов одним пульсационным кристаллизатором;
- снижение эксплуатационных затрат на ремонт и обслуживание скребковых кристаллизаторов за счет сокращения их общего количества – в работе остаются только испарительные скребковые кристаллизаторы для охлаждения суспензии до температуры фильтрования;
- снижение потерь избирательных растворителей за счет более высокой герметичности пульсационного кристаллизатора по сравнению с регенеративными скребковыми кристаллизаторами (отсутствия уплотнения валов скребковых механизмов), т. е. повышение экологической безопасности производства.

Кристаллизатор подвергается горячей промывке не чаще одного раза в три-четыре месяца. При работе аппарата не происходит изменения температурного профиля в нем, что свидетельствует об отсутствии отложения парафина в секциях.

Кристаллизатор, система подачи хладагента и пульсатор показали высокую надежность в эксплуатации.

Пульсационный кристаллизатор также внедрен на комбинированной установке депарафинизации – обезмасливания Г-39-40 АО «Укртатнафта» (г. Кременчуг, Украина), где он функционально заменил восемь регенеративных скребковых кристаллизаторов [133].

Перерабатываемое сырье – рафинаты фурфурольной очистки вакуумных дистиллятов фр. 350–420 и 420–500 °С. Перерабатывается также остаточный рафинат. Основные физико-химические свойства сырья приведены в табл. 4.11.

Таблица 4.11

Основные физико-химические свойства сырья

Наименование показателей	Значение показателей		
	Дистиллятный рафинат фр. 350–420 °С	Дистиллятный рафинат фр. 420–500 °С	Остаточный рафинат
Плотность при 20 °С, кг/м ³	866–868	870–873	877–879
Показатель преломления, n_D^{50}	1,4705–1,4710	1,4725–1,4730	1,4790–1,4830
Вязкость кинематическая, мм ² /с при 100 °С	4,52–4,58	8,32–8,51	17,90–18,12

Принципиальная технологическая схема процесса после включения кристаллизатора пульсационного смешения показана на рис. 4.13. Блок № 1 установки Г-39-40 при переработке дистиллятного сырья работает в режиме как двухступенчатой депарафинизации, так и в режиме фильтрования в четыре ступени – две ступени депарафинизации и две – обезмасливания. При работе на остаточном сырье производится только двухступенчатая депарафинизация.

Технологический процесс в режиме депарафинизации – обезмасливания аналогичен процессу на КМ-2 ПАО «СЛАВНЕФТЬ-ЯНОС» (рис. 4.12) с тем отличием, что обезмасливание осуществляется в две ступени фильтрования.

Основные технологические параметры переработки дистиллятного сырья в режиме получения парафина (две ступени депарафинизации и две ступени обезмасливания) и остаточного сырья – в режиме двухступенчатой депарафинизации приведены в табл. 4.12. Показатели работы блока № 1 установки Г-39-40 приведены в табл. 4.13.

Основные результаты внедрения пульсационного кристаллизатора приведены ниже.

1. Работа блока № 1 установки Г-39-40 после включения в работу пульсационного кристаллизатора обеспечивает достижение заданных показателей. Основные параметры технологического режима работы пульсационного кристаллизатора соответствуют расчетным.

2. Один пульсационный кристаллизатор функционально заменил все используемые ранее регенеративные скребковые кристаллизаторы – восемь аппаратов, что исключает эксплуатационные затраты на их ремонт и обслуживание.

3. При работе блока в режиме депарафинизации – обезмасливания дистиллятного сырья содержание масла в парафине не превышает 0,8 % мас.

4. Система утилизации холода фильтра первой ступени показала свою высокую эффективность. Достигнут более высокий нагрев фильтра первой ступени депарафинизации в целом по блоку утилизации его холода при соответствующем снижении температуры охлаждаемого растворителя (влажного и сухого). Следствием этого является снижение нагрузки на холодильное отделение и секцию регенерации растворителя.

5. Впервые пульсационный кристаллизатор эксплуатируется при таких высоких нагрузках. В процессе депарафинизации – обезмасливания рафината фр. 350–420 °С производительность по сырью достигала 29–30 м³/ч, а при переработке этого сырья в режиме двухступенчатой депарафинизации – 40–43 м³/ч.

6. Пульсационный кристаллизатор практически не нуждается в горячей промывке.

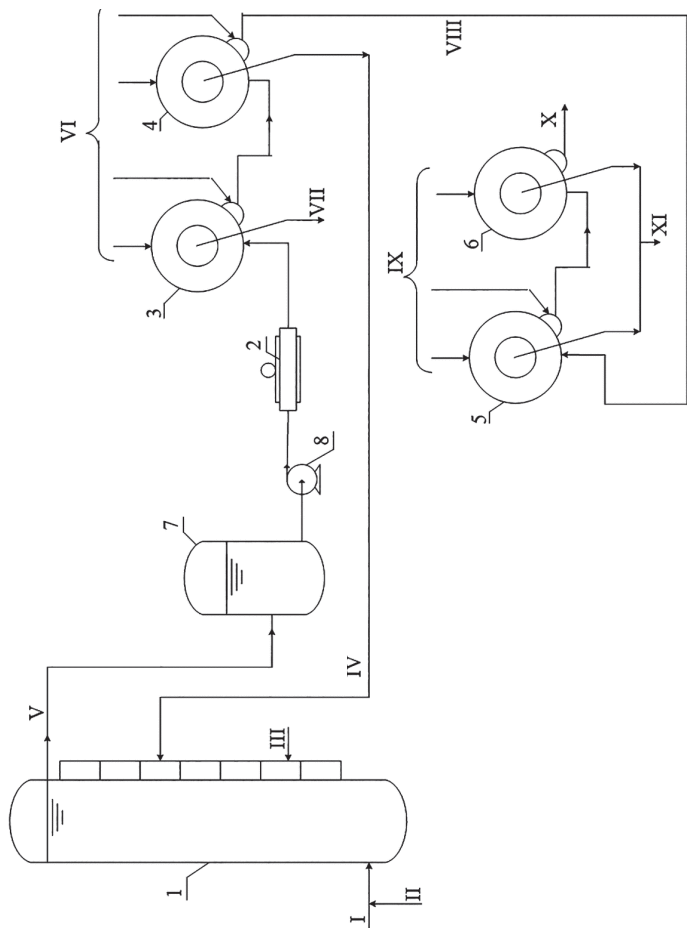


Рис. 4.13. Принципиальная схема отделения кристаллизации и фильтрования:

1 – пульсационный кристаллизатор; 2 – пропановые скребковые кристаллизаторы; 3, 4 – фильтры депарафинизации;

5, 6 – фильтры обезмасливания; 7 – емкость; 8 – насос; I – сырье; II – растворитель на предварительное разбавление сырья;

III – охлажденный влажный растворитель; IV – фильтр второй ступени депарафинизации; V – суспензия из пульсационного кристаллизатора; VI, IX – растворитель на промывку и разбавление осадков; VII – фильтр первой ступени депарафинизации;

VIII – осадок гача; X – осадок парафина; XI – раствор фильтрата обезмасливания

Основные параметры технологического режима

Наименование показателей	Значение показателей		
	Процесс депарафинизации – обезмасливания дистиллятных рафинатов		Процесс депарафинизации остаточного рафината
	Фр. 350–420 °С	Фр. 420–500 °С	
Производительность по сырью, м ³ /ч	29–30*	21–23	17–18
Количество растворителя (об. доли на сырье), подаваемого на разбавление сырья перед пульсационным кристаллизатором	0,2 : 1**	0,25 : 1	0,25 : 1
Температура раствора сырья на входе в пульсационный кристаллизатор, °С	36–40	44–48	52–54
Общая объемная кратность разбавления сырья растворителем и фильтратом второй ступени в пульсационном кристаллизаторе (перед первой ступенью фильтрования), об. доли на сырье	2,5 : 1	3,1 : 1	3,3 : 1
Температура суспензии на выходе из пульсационного кристаллизатора, °С	+7	+10	+13
Температура фильтрования, °С	<div>– первая ступень<div>Минус 21–24</div></div> <div>– вторая ступень<div>Минус 7–10</div></div> <div>– третья ступень<div>Плюс 3–5</div></div> <div>– четвертая ступень<div>Плюс 9–11</div></div>		
Общая объемная кратность растворителя, подаваемого на промывку и разбавление осадков в фильтры, об. доли на сырье	3,8 : 1	4,9 : 1	3,4 : 1
– 1, 2, 3, 4 ступени			
– 1, 2 ступени			
Примечания: * При переработке рафината фр. 350–420 °С в режиме двухступенчатой депарафинизации производительность блока по сырью достигает 40–43 м ³ /ч; ** Средние значения показателей (если не указаны пределы параметров).			

Основные показатели фиксированного пробега

Показатели	Величина показателей при переработке рафинатов		
	Фр. 350–420 °С	Фр. 420–500 °С	Остаточного рафината
Температура застывания депарафинированного масла, °С	Минус 15		
Содержание масла, % мас. – в парафине – в петролатуме	До 0,8		5,5–6,0
Температура плавления парафина, °С	53–55	61–63	
Температура каплепадения петролатума, °С			73–75
Выход депарафинированного масла, % мас.	85,3*	83,7	76
Примечание. * Указаны средние значения выходов депарафинированного масла.			

4.1.4.3. Комбинированный процесс депарафинизации и обезмасливания с перекристаллизацией гача

При необходимости получения глубоко обезмасленного твердого парафина путем сочетания депарафинизации и обезмасливания число ступеней фильтрования на стадии обезмасливания гача, как правило, увеличивается до 2–3. Это влечет за собой повышение эксплуатационных и энергетических затрат в связи с включением дополнительного фильтровального оборудования и увеличением количества растворителя, подаваемого на разбавление и промывку осадков на включаемых фильтрах.

Зачастую переход на получение глубоко обезмасленного парафина в комбинированном процессе депарафинизация – обезмасливание на существующих установках трудно осуществим в связи с необходимостью закупки и монтажа дорогостоящего дополнительного фильтровального оборудования и отсутствием производственной площади для размещения фильтров дополнительной ступени разделения.

Известна технология получения масел и парафинов, при которой осадок гача, получаемый на стадии депарафинизации парафинсодержащего сырья, подвергается перекристаллизации путем его нагрева до температуры полного растворения парафинов с последующим охлаждением этого раствора и фильтрованием полученной суспензии [2, 25]. Образующаяся суспензия обладает

улучшенными фильтрационными характеристиками, что повышает эффективность процесса в целом.

Такая технология не получила широкого распространения ввиду ряда обстоятельств. Перекристаллизация предусматривалась в регенеративных скребковых кристаллизаторах, специфика кристаллообразования в которых в значительной мере снижает преимущества, обусловленные получением суспензии из гача. Кроме этого включение в технологическую схему дополнительного количества такого металлоемкого оборудования с низкой надежностью в эксплуатации и высокими затратами на ремонт и обслуживание также ставило под сомнение целесообразность внедрения указанной технологии.

Положительные результаты внедрения пульсационного кристаллизатора на стадии получения парафиновой суспензии из рафинатов, функционально заменяющего все регенеративные скребковые кристаллизаторы [100–102], послужили причиной начала исследований применения этого высокоэффективного оборудования в процессе перекристаллизации гачей.

В результате был разработан описанный ниже комбинированный процесс депарафинизации – обезмасливания, основанный на применении двух пульсационных кристаллизаторов [105, 107].

Сырье – рафинат масляной фракции I (см. рис. 4.14) при температуре, превышающей температуру плавления в нем парафина, подается в первую секцию пульсационного кристаллизатора I.

Сырье посредством пульсационного воздействия сжатым инертным газом II перемешивается в кристаллизаторе с двумя хладагентами – раствором фильтрата второй ступени депарафинизации III и растворителем IV, охлажденным сначала в теплообменнике 2 раствором фильтрата первой ступени депарафинизации V, а затем в испарительном (пропановом или аммиачном) холодильнике 3. Далее раствор фильтрата первой ступени V поступает на секцию регенерации растворителя, где получают депарафинированное масло.

Сырьевую суспензию VI из пульсационного кристаллизатора I, подают в испарительные скребковые кристаллизаторы 4, где она охлаждается до температуры фильтрования на первой ступени депарафинизации.

Далее суспензия подвергается разделению на фильтрах первой и второй ступени депарафинизации 5, 6, где производится фильтрование, промывка осадков и их разбавление растворителем VII.

Осадок гача со второй ступени депарафинизации VIII, содержащий кристаллический парафин, масляные компоненты и растворитель, поступает в теплообменник 7, где нагревается до температуры, превышающей температуру растворения парафина, и направляется во второй пульсационный кристаллизатор 8. В этом кристаллизаторе он посредством пульсационного воздействия

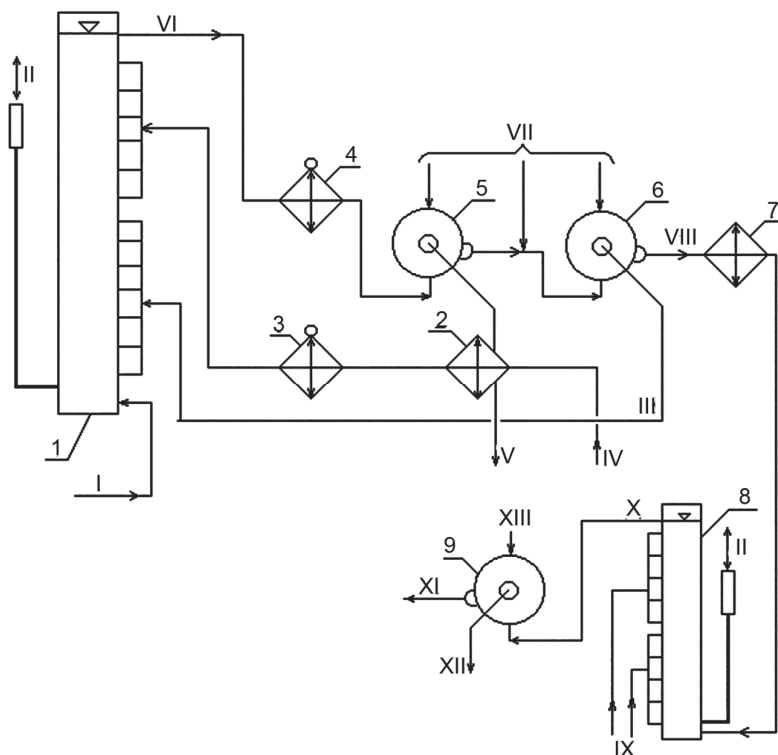


Рис. 4.14. Комбинированный процесс депарафинизации-обезмасливания с применением пульсационных кристаллизаторов (пояснения в тексте)

Суспензия X подается на фильтры ступени обезмасливания гача 9, где она разделяется на осадок твердого глубоко обезмасленного парафина XI и раствор фильтрата обезмасливания XII, которые поступают на секцию регенерации растворителя. На промывку осадка в фильтр 9 подается растворитель XIII.

Описанная выше технология была испытана на производстве КМ-2 ПАО «СЛАВНЕФТЬ-Ярославнефтеоргсинтез».

На втором потоке секции депарафинизации (С-400) КМ-2 – переработка рафината фр. 420–490 °С – был включен в схему дополнительный пульсационный кристаллизатор для проведения процесса перекристаллизации гача второй ступени депарафинизации. На стадии получения суспензии из рафината применялся включенный ранее [100–102] полномасштабный пульсационный кристаллизатор (рис. 4.14).

По обычной схеме суспензия, полученная из рафината фр. 420–490 °С в полномасштабном пульсационном кристаллизаторе и, дополнительно охлажденная до требуемой температуры в пропановых кристаллизаторах, направляется на фильтры двух последовательных ступеней фильтрования – депарафинизации, где разделяется на раствор депарафинированного масла и осадок гача второй ступени депарафинизации, который затем подают на вакуумные фильтры ступени обезмасливания. На этой ступени получают фильтрат обезмасливания и парафин.

Созданная схема перекристаллизации гача позволяет нагреть осадок гача (с фильтров второй ступени депарафинизации). Полученный раствор гача направляется на перекристаллизацию в дополнительно установленный пульсационный кристаллизатор меньшего размера и затем полученная суспензия направляется на вакуумные фильтры обезмасливания (рис. 4.14).

Загрузка по рафинату составляла 13–15 м³/ч. После включения схемы перекристаллизации содержание масла в получаемом парафине снизилось в 1,8–3,1 раза, достигнув 0,8 % мас. (табл. 4.14), что удовлетворяло качественному показателю «содержание масла» к парафину марки П2 (ГОСТ 23683-89), основные требования к которому приведены ниже:

- содержание масла, % мас., не более 0,8
- температура плавления, °С > 52
- цвет, не более 3

Таблица 4.14

Показатели качества парафина

Показатели	Величина показателей	
	До включения схемы перекристаллизации	После включения схемы перекристаллизации
Содержание масла в парафине, % мас.	1,5–2,5	До 0,8
Температура плавления, °С	61–62	62–63
Цвет	Не определялся	8–9

После накопления достаточного количества парафина была проведена его гидроочистка. Проведенные затем анализы парафина показали, что после гидроочистки его цвет значительно улучшается (таблица 4.15).

Таким образом, получаемый парафин соответствовал парафину марки П2 по содержанию масла и температуре плавления, а после гидроочистки – требованиям к этому парафину по цвету.

Получение на втором потоке секции С-400 аналогичной продукции без перекристаллизации возможно только при включении фильтров второй ступени обезмасливания, что не представляется возможным ввиду отсутствия дополнительных фильтров и места для их установки.

Таблица 4.15

Показатели качества парафина до и после гидроочистки

Проба парафина	Цвет, ед. КНС	Содержание бенз- α -пирена
До гидроочистки	8–9	Отсутствует
После гидроочистки	1	Отсутствует

Анализ полученных результатов показывает следующее:

1. Разработан процесс получения масел и глубоко обезмасленных парафинов с применением перекристаллизации гача второй ступени депарафинизации в пульсационном кристаллизаторе.
2. Исследования показали возможность получения парафина марки П2 (после гидроочистки) из рафината фр. 420–490 °С при внедрении процесса перекристаллизации гача с применением пульсационного кристаллизатора без увеличения общего количества ступеней фильтрования.

4.1.4.4. Выбор насоса для перекачки суспензии, полученной в пульсационном кристаллизаторе

Принципиальная схема блока пульсационного кристаллизатора (КСП), включающего кристаллизатор, промежуточную емкость и насос, показана на рис. 4.15. Как отменно выше, пульсационный кристаллизатор работает при небольшом избыточном давлении (близким к атмосферному), равном давлению системы дыхания установки.

Полученная в нем суспензия самотеком поступает в промежуточную емкость, откуда попадает на прием насоса, подающего ее в испарительные (аммиачные или пропановые) скребковые кристаллизаторы для дальнейшего охлаждения до температуры фильтрования.

Для подачи суспензии в испарительные кристаллизаторы в настоящее время используются центробежные насосы, принципиальная схема включения которых показана на рис. 4.15.

Применение центробежных насосов приводит к частичному измельчению образовавшихся кристаллов парафина и, как следствие, ухудшению фильтрационных характеристик суспензии.

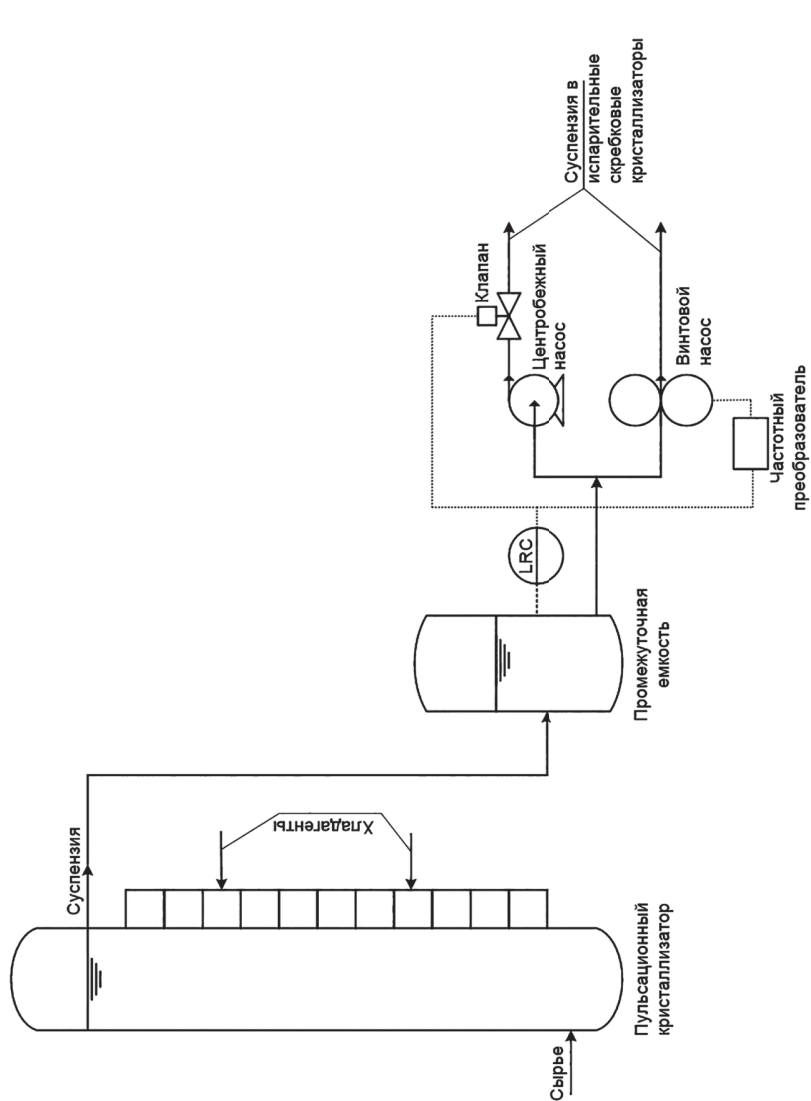


Рис. 4.15. Схема блока пульсационного кристаллизатора с применением центробежного и винтового насоса

Высокие окружные скорости рабочего колеса (при частоте вращения 3000 об/мин) центробежного насоса являются причиной чрезмерного гидромеханического воздействия на образовавшиеся кристаллы парафина. При измельчении частиц твердой фазы на фильтрующей поверхности барабанных вакуумных фильтров формируется плотный осадок. Это является причиной снижения скорости фильтрования и затруднения отделения от осадка жидкой фазы суспензии – снижению отбора депарафинированного масла и повышению содержания масла в гаче (парафине).

При применении центробежного насоса регулирование уровня в промежуточной емкости осуществляется клапаном, установленным на выкиде насоса (см. рис. 4.15). При понижении загрузки по сырью, следовательно, при снижении расхода суспензии из пульсационного кристаллизатора степень закрытия клапана увеличивается. Время пребывания суспензии в рабочем объеме насоса повышается.

Это приводит не только к увеличению механического воздействия на частицы твердой фазы, но и к нагреву суспензии. В ряде случаев температура суспензии на выходе из насоса повышалась на 4–8 °С. Т. е. механическое измельчение кристаллов парафина сопровождается их частичным растворением, обусловленным повышением температуры, что является причиной дополнительного сокращения среднего размера частиц твердой фазы – ухудшения фильтрационных характеристик суспензии. Особенно это ощутимо при переработке остаточных рафинатов.

Исследования фильтрационных характеристик суспензий, отобранных до и после центробежного насоса, показали следующее.

При переработке дистиллятных видов сырья скорость фильтрования суспензии снижается на 3–9 %, тогда как для остаточного сырья эта величина достигает 15–25 %. Увеличение содержания масла в гаче и петролатуме менее заметно – не превышает 2–3 % отн.

Т. е. основной проблемой является возникающее ограничение производительности установки, которого можно избежать либо включением в работу дополнительных фильтров, что как правило, не представляется возможным, либо заменой перекачивающего устройства – применения насоса другого принципа действия с минимальным воздействием на твердую фазу суспензии.

Повышение качества отделения жидкой фазы от осадка особенно актуально при получении гачей с пониженным содержанием масла или парафинов. Также это позволяет увеличить отбор депарафинированного масла.

Довольно продолжительный поиск альтернативного насоса не давал результатов. Рассматриваемые варианты не подходили по различным параметрам:

производительности, напору, требованиям к вязкости жидкой фазы суспензии, типу уплотнений, габаритам и пр.

В конечном счете выбор был сделан на насосе объемного типа – двухвинтовом насосе с двойным торцовым уплотнением.

Двухвинтовой насос был включен в схему блока пульсационного кристаллизатора на установке 39/4 ООО «Новокуйбышевский завод масел и присадок» (ООО «НЗМП»). Он был установлен вместо центробежного марки НК200/210.

Двухвинтовой насос представляет собой объемный роторный насос, состоящий из двух встречно вращающихся рабочих винтов. Эти винты устанавливаются с небольшим зазором по отношению друг к другу и свободно вращаются внутри рабочей вставки корпуса насоса или канала корпуса насоса.

Перекачиваемая среда поступает в насос через впускной штуцер, затем поток разделяется и попадает в рабочую вставку корпуса с двух сторон, перемещается к центру насоса и нагнетается к центральной части рабочей вставки корпуса насоса, соединенной с выпускным штуцером.

Крутящий момент передается от двигателя через ведущий ходовой винт на короткий вал через распределительные шестерни. Оба вала поддерживаются подшипниками и фиксированы по оси на не приводном конце. Подшипники не испытывают никакой дополнительной нагрузки, так как ходовые винты гидравлически сбалансированы.

В табл. 4.16 представлены данные по технологическим характеристикам насосов – применяемого ранее центробежного и установленного винтового.

Таблица 4.16

Технические характеристики центробежного и винтового насосов

Центробежный насос	Винтовой насос
1. Производительность 93 м ³ /час	1. Производительность 106 м ³ /час
2. Давление на выкиде 21 кгс/см ²	2. Давление на выкиде 20,9 кгс/см ²
3. Тип электродвигателя 2B280 SY2	3. Тип электродвигателя 3GF12105914
4. Частота вращения 3000 об/мин	4. Частота вращения 1500 об/мин
5. Мощность электродвигателя 132 кВт	5. Мощность электродвигателя 132 кВт

При использовании винтового насоса его производительность – регулирование уровня в промежуточной емкости (см. рис. 4.15) – осуществляется изменением скорости вращения винтов насоса при помощи частотного преобразователя оборотов электродвигателя.

Винтовой насос является насосом объемного типа. Движение перекачиваемого потока происходит в зазоре между вращающимися винтами. Скорость вращения винтов (об/мин) в два раза ниже, чем у рабочего колеса центробежного

насоса, при их меньшем диаметре. Т. е. окружная скорость на периферийной части винтов гораздо ниже соответствующего показателя для рабочего колеса центробежного насоса.

Движение потока через рабочую полость винтового насоса происходит «за один проход» при минимальном времени контакта с винтами. Производительность насоса, следовательно, и уровень суспензии в промежуточной емкости регулируются частотным преобразователем, изменяющим скорость вращения винтов насоса.

При применении центробежного насоса снижение производительности установки – расхода поступающей в промежуточную емкость суспензии – степень открытия клапана, регулирующего уровень в промежуточной емкости, уменьшается вплоть до его временного полного закрытия.

В этом случае расход потока через рабочую полость насоса снижается или прекращается при соответствующем увеличении времени воздействия рабочего колеса на суспензию с указанными выше последствиями.

С пуском двухвинтового насоса появилась возможность увеличения загрузки установки по сырью на 12–17 % (при существующем количестве фильтров) без снижения отбора депарафинированного масла и качества выпускаемой целевой и побочной продукции.

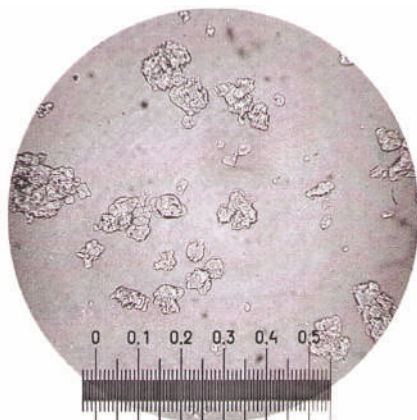
Сократилась частота промывки вакуумных фильтров. Это позволило стабилизировать качество депарафинированных масел и снизить их потери с побочным продуктом – гачем.

Сила тока, потребляемая электродвигателем центробежного насоса, составляла 220–230 А. После его замены на двухвинтовой насос при использовании частотного преобразователя сила тока сократилась до 120–130 А при соответствующем снижении потребляемой мощности.

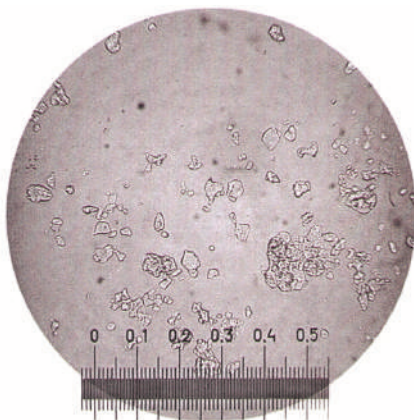
На рис. 4.16 приведены микрофотографии кристаллов суспензии, полученной в пульсационном кристаллизаторе из рафината фр. 330–420 °С смеси западносибирских нефтей, образцы которой отобраны до и после центробежного насоса.

Кристаллы в образце суспензии, отобранной до насоса (рис. 4.16 а, в), имеют крупные размеры с небольшим количеством мелкодисперсной составляющей. Четкие неразрывные линии на изображении кристаллов свидетельствуют о том, что это продукты послойного роста из центров кристаллообразования. Т. е. это монокристаллы, а не кристаллические агрегаты.

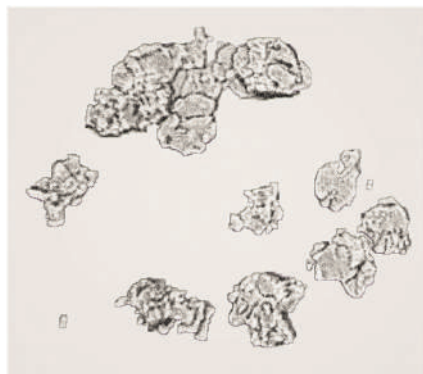
При фильтровании такой суспензии образуется пористый легко проникаемый осадок, для которого характерны высокая скорость и четкость отделения жидкой фазы.



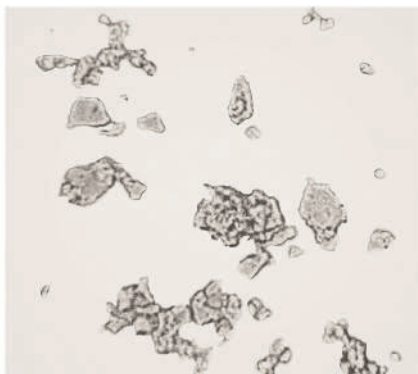
а)



б)



в)



г)

Рис. 4.16. Микрофотографии кристаллов суспензии до (а, в) и после (б, г) центробежного насоса:

а, б – кристаллы образцов суспензий; в, г – увеличенные фрагменты

Суспензия после насоса (рис. 4.16, б, г) отличается высокой дисперсией размеров кристаллов при существенном снижении их размеров. На увеличенном фрагменте видно, что это продукты разрушения более крупных кристаллов. Более округлые формы отдельных фрагментов свидетельствуют об их частичном растворении, связанным с повышением температуры суспензии в центробежном насосе. Остатки крупных кристаллов имеют неправильную форму с внутренними полузамкнутыми полостями. Мелкие и крупные кристаллы образуют кристаллические агрегаты также имеющие внутренние полости.

Такие суспензии с мелкой полидисперсной кристаллической структурой образуют осадки, для которых характерны низкие скорости фильтрования с высоким остаточным содержанием жидкой фазы. Высокая дисперсия размеров и наличие внутренних полостей кристаллов и кристаллических агрегатов способствуют снижению эффективности промывки осадков растворителем, что приводит к повышению содержания масла в получаемых гачах и парафинах.

4.1.4.5. Обезмасливание гачей

Для определения возможности применения кристаллизатора пульсационного смешения в процессах обезмасливания гачей и петролатумов были проведены следующие исследования.

На лабораторной установке, схема которой показана на рис. 4.1, были поставлены эксперименты по получению парафиновых суспензий в кристаллизаторе пульсационного смешения. В качестве сырья были взяты гачи и петролатумы, полученные в процессах двухступенчатой депарафинизации дистиллятных и остаточных рафинатов на производстве КМ-2 ПАО «СЛАВНЕФТЬ-Ярославнефтеоргсинтез» при переработке смеси западносибирских нефтей.

Содержание масла в указанных видах сырья приведено ниже:

- гач фр. 330–420 °С 4 % мас.
- гач фр. 420–490 °С 8 % мас.
- петролатум 14 % мас.

Проведенные ранее исследования показали, что получение суспензий из гачей и петролатумов путем смешения сырья с порциями охлажденного растворителя (вне зависимости от способа перемешивания сырьевой смеси) без их предварительного разбавления приводит к резкому увеличению вязкости образующейся суспензии, обусловленному высокой концентрацией в сырье твердых углеводородов. При добавлении к сырью хладагента процесс образования кристаллов опережает сопутствующее разбавлению растворителем снижение вязкости раствора – образование сгустков сырья и кристаллических агрегатов препятствует нормальному течению процесса кристаллообразования, т. к. становится невозможным создание требуемых гидродинамических условий в системе.

Экспериментально было установлено, что перед началом процесса кристаллизации гачей и петролатумов путем добавления порций охлажденного растворителя необходимым является их начальное разбавление растворителем в количестве – 2,5–3 объемные доли на сырье.

В качестве хладагентов были приняты охлажденный до 0 °С влажный растворитель и сухой растворитель с температурой минус 25 °С.

Перед проведением кристаллизации сырье, предварительно разбавленное растворителем до объемной кратности 3 : 1, нагревалось до температуры на 15–20 °С выше температуры насыщения раствора парафином. После этого проводили процесс кристаллизации согласно методике, описанной в разделе 4.1.4.1.

Полученные суспензии подвергали фильтрованию. Фильтрование суспензий гачей и петролатума проводили при температуре, достигнутой после добавления последней порции сухого растворителя. Кратность промывки получаемых в процессе фильтрования осадков, соответствовали технологическому режиму фильтрования на стадии обезмасливания, принятому для каждого из указанных видов сырья.

Режим кристаллизации, результаты фильтрования полученных суспензий, качество и выход целевых продуктов приведены в табл. 4.16.

В ходе экспериментов была установлена степень охлаждения суспензии при разбавлении ее охлажденными растворителями, т. е. определена минимально возможная температура процесса обезмасливания для каждого сырья при принятых технологических параметрах процесса.

Таким образом, была показана возможность применения пульсационного кристаллизатора в процессах кристаллизации при обезмасливании гачей и петролатумов.

Таблица 4.16

Режим обезмасливания гачей фр. 330–420 °С, фр. 420–490 °С и петролатума смеси западносибирских нефтей в лабораторных условиях с применением кристаллизатора пульсационного смешения, качество и выход целевых продуктов

№ п/п	Наименование параметров	Единица измерения.	Гач. фракции		Петролатум
			330–420 °С	420–490 °С	
1	Кратность начального разбавления сырья влажным растворителем	% об.	300	300	300
2	Кратность разбавления сырьевой смеси охлажденным влажным растворителем	% об.	600	600	600
3	Кратность разбавления сырьевой смеси охлажденным сухим растворителем	% об.	500	500	500
4	Состав влажного растворителя:	% мас.			
	МЭК		58,67	58,67	58,67
	толуол		38,85	38,85	38,85
	ацетон		0,02	0,02	0,02
	вода		2,46	2,46	2,46

№ п/п	Наименование параметров	Единица измерения.	Гач. фракции		Петролатум
			330– 420 °С	420– 490 °С	
5	Состав сухого растворителя:	% мас.			
	МЭК		60,23	60,23	60,23
	толуол		38,92	38,92	38,92
	ацетон		0,04	0,04	0,04
	вода		0,81	0,81	0,81
6	Температура насыщения исходной сырьевой смеси	°С	44	47	53
7	Температура нагрева сырьевой смеси перед началом кристаллизации	°С	59	61	68
8	Температура охлажденного влажного растворителя для разбавления сырьевой смеси	°С	0	0	0
9	Температура охлажденного сухого растворителя для разбавления сырьевой смеси	°С	–25	–25	–25
10	Температура фильтрования	°С	+10	+7	+8
11	Выход парафина, церезина	% мас.	69,68	63,54	62,83
12	Содержание масла в парафине, церезине	% мас.	0,51	1,3	2,40
13	Температура плавления (каплепадения) парафина, церезина	°С	51	64	71

Имеющиеся на отечественных НПЗ маслоблоки включают в основном установки депарафинизации рафинатов. Гораздо реже встречаются комбинированные установки депарафинизации-обезмасливания и установки обезмасливания гачей.

Растущие цены на парафино-восковую продукцию делают актуальным организацию ее производства на предприятиях, не имеющих специализированных мощностей.

Одним из путей решения этой проблемы является перевод одной из установок депарафинизации в режим обезмасливания гачей, получаемых на других установках депарафинизации. При наличии на производстве установки обезмасливания гачей задача упрощается.

Принципиальная технологическая схема установки депарафинизации или обезмасливания с внедрением пульсационного кристаллизатора при работе в режиме получения твердых парафинов показана рис. 4.17.

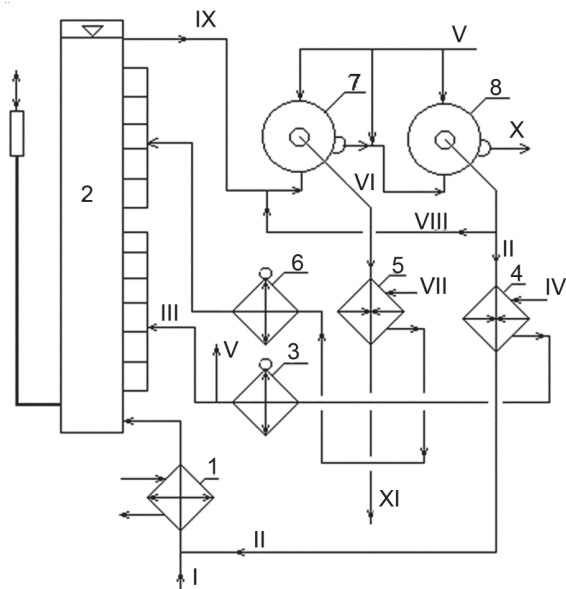


Рис. 4.17. Принципиальная схема установки обезмасливания гачей при применении пульсационного кристаллизатора (пояснения в тексте)

Сырье (гач) I, предварительно смешанное с частью фильтрата второй ступени II, поступает в теплообменник 1 стабилизации температуры сырьевой смеси, подаваемой в пульсационный кристаллизатор 2. В нижний коллектор пульсационного кристаллизатора 2 поступает влажный растворитель III, охлажденный в испарительном (пропановом или аммиачном) холодильнике 3. Предварительно влажный растворитель IV охлаждается в теплообменнике 4 частью фильтрата второй ступени, поступающего на разбавление сырья.

Часть охлажденного в холодильнике 3 влажного растворителя V идет на промывку и разбавление осадков в фильтры.

Фильтрат первой ступени (раствор фильтрата обезмасливания) VI охлаждает в теплообменнике 5 сухой растворитель VII, который затем охлаждается до требуемой температуры в испарительном холодильнике 6 и направляется в верхний коллектор пульсационного кристаллизатора.

Балансовое количество фильтрата второй ступени VIII направляется на разбавление выходящей из пульсационного кристаллизатора сырьевой суспензии IX перед фильтрами первой ступени фильтрования 7.

Осадок парафина X (в смеси с растворителем) после фильтров второй ступени фильтрования 8 направляется в секцию регенерации растворителя так же как и раствор фильтрата обезмасливания XI после теплообменника 5.

Основные параметры технологического режима и показатели процессов при работе установок депарафинизации (обезмасливания) в режиме получения глубоко обезмасленных парафинов приведены в табл. 4.17.

Перевод установки депарафинизации в режим обезмасливания гачей при применении пульсационного кристаллизатора позволит получать глубоко обезмасленные парафины из гачей, вырабатываемых на установках депарафинизации. Потребуется только установка пульсационного кристаллизатора при минимальном изменении технологической схемы. При внедрении пульсационного кристаллизатора на установке обезмасливания задача упрощается.

Таблица 4.17

Основные параметры технологического режима и показатели процессов обезмасливания гачей

Показатели	Наименование показателей при переработке гачей из рафинатов	
	средневязких	вязких
Производительность по сырью (гачу), тыс.т/год	30–50*	
Количество ступеней фильтрования	2**	
Температура растворителя, подаваемого в кристаллизатор смешения, °С:		
– влажного растворителя	0...–2	
– сухого растворителя	–(18–22)	
Общая кратность разбавления сырья растворителем (разбавление сырья, промывка и разбавление осадков) об. доли на сырье – гач.	(8–10) : 1	(9–12) : 1
Температура фильтрования, °С:		
– первая ступень	+(4–6)	
– вторая ступень	+(5–10)	
Содержание масла в парафине, % мас.	До 0,5	До 0,8
Выход парафина, % мас. на сырье**	55–60	45–50
Примечания:		
* Зависит от производительности установки депарафинизации, переводимой в режим обезмасливания гачей, в действительности указанные пределы могут быть расширены.		
** Зависит от содержания масла в гаче и требований к качеству парафина.		

При этом обеспечивается:

- снижение более чем в 10 раз металлоемкости кристаллизационного оборудования за счет замены всех регенеративных и испарительных скребковых кристаллизаторов одним пульсационным кристаллизатором и, как следствие, исключение эксплуатационных затрат на ремонт и обслуживание скребковых кристаллизаторов;

- снижение потерь избирательных растворителей за счет более высокой герметичности пульсационного кристаллизатора по сравнению со скребковыми кристаллизаторами (отсутствия уплотнения валов скребковых механизмов), т. е. повышение экологической безопасности производства.

Полное исключение скребковых кристаллизаторов позволяет применять низконапорные насосы для подачи сырьевой смеси и хладагентов в работающий без избыточного давления пульсационный кристаллизатор, исключить насос подачи суспензии из промежуточной емкости пульсационного кристаллизатора в испарительные скребковые кристаллизаторы, что также приведет к сокращению энергопотребления. Из схемы также исключается указанная промежуточная емкость. (Промежуточная емкость и насос подачи суспензии в испарительные скребковые кристаллизаторы, предусматриваются в процессах депарафинизации или депарафинизации – обезмасливания с применением пульсационного кристаллизатора в традиционных схемах).

Промышленная апробация данной технологии была произведена на производстве масел и парафинов КМ-2 ПАО «СЛАВНЕФТЬ-Ярославнефтеоргсинтез», где в пульсационном кристаллизаторе подвергали перекристаллизации гач второй ступени депарафинизации рафината фракции 420–490 °С смеси западносибирских и ухтинских нефтей с последующим фильтрованием полученной суспензии в одну ступень обезмасливания (см. раздел. 4.1.4.3).

При содержании масла в гаче второй ступени депарафинизации, находящемся на уровне 5–6 % мас., в одну ступень обезмасливания получали парафин с содержанием масла до 0,8 % мас. Общая объемная кратность разбавления охлажденными растворителями (влажным и сухим) в пульсационном кристаллизаторе и промывки осадка на стадии обезмасливания не превышала 8:1 в расчете на гач.

4.1.4.6. Комбинирование сольвентного процесса обезмасливания с каталитическими процессами получения масел

Комбинированный процесс депарафинизации и обезмасливания с применением пульсационного кристаллизатора на стадии получения парафиновой суспензии из рафината внедрен на производстве масел и парафинов КМ-2 ПАО «СЛАВНЕФТЬ-Ярославнефтеоргсинтез» (см. раздел 4.1.4.2).

Наряду с улучшением технологических показателей (увеличение отбора масла, снижение содержания масла в парафине и др.) одним из главных преимуществ внедренного процесса является функциональная замена всех регенеративных скребковых кристаллизаторов одним пульсационным кристаллизатором [100–102].

Полученную в пульсационном кристаллизаторе суспензию, подвергают дополнительному охлаждению в остающихся в схеме испарительных (пропановых) скребковых кристаллизаторах для достижения температуры фильтрования на первой ступени депарафинизации.

Приведенная выше технология не позволяет полностью отказаться от скребковых кристаллизаторов, малоэффективных в плане теплопередачи и отличающихся низкой надежностью в эксплуатации и требующих высоких затрат на ремонт и обслуживание.

При этом выделяющиеся из раствора сырья при более низких температурах кристаллы низкомолекулярных «мягких» парафинов в сочетании с выкристаллизовавшимися при более высоких температурах «твердых» парафинов образуют полидисперсную твердую фазу, что отрицательно сказывается на фильтрационных характеристиках получаемой суспензии.

Дальнейшее повышение температуры на последующих стадиях фильтрования – обезмасливание гача – связано с непродуктивными потерями холода суспензии, полученной на стадии депарафинизации.

В результате проведенных теоретических и экспериментальных исследований была разработана технология, позволяющая повысить скорости фильтрования получаемой суспензии, увеличить выход масла с требуемой температурой застывания при улучшении его качества, снизить содержание масла в парафине при полном отказе от использования скребковых кристаллизаторов – регенеративных и испарительных.

Полученная в пульсационном кристаллизаторе парафиновая суспензия без последующего охлаждения подвергается фильтрованию в две или более ступени с получением парафина (рис. 4.18). Смесь полученных фильтратов двух или более ступеней фильтрования после регенерации из нее растворителя подвергается каталитической депарафинизации с получением депарафинированного масла с заданной температурой застывания.

В случае переработки сырья с низким содержанием твердых парафинов, перед его подачей в пульсационный кристаллизатор в него добавляют такое количество парафина, полученного на последней ступени фильтрования после отделения от него растворителя, чтобы содержание твердых парафинов в образующейся сырьевой смеси было не менее 17–20 % мас.

Повышение, в случае необходимости, концентрации твердых парафинов в сырьевой смеси делает возможным получать суспензию, фильтрование которой при относительно высоких температурах суспензии, образующейся в пульсационном кристаллизаторе, соответствующей температурам обезмасливания гачей, обеспечивает высокую эффективность разделения – снижение содержания масла в парафине при повышении выхода смеси фильтратов.

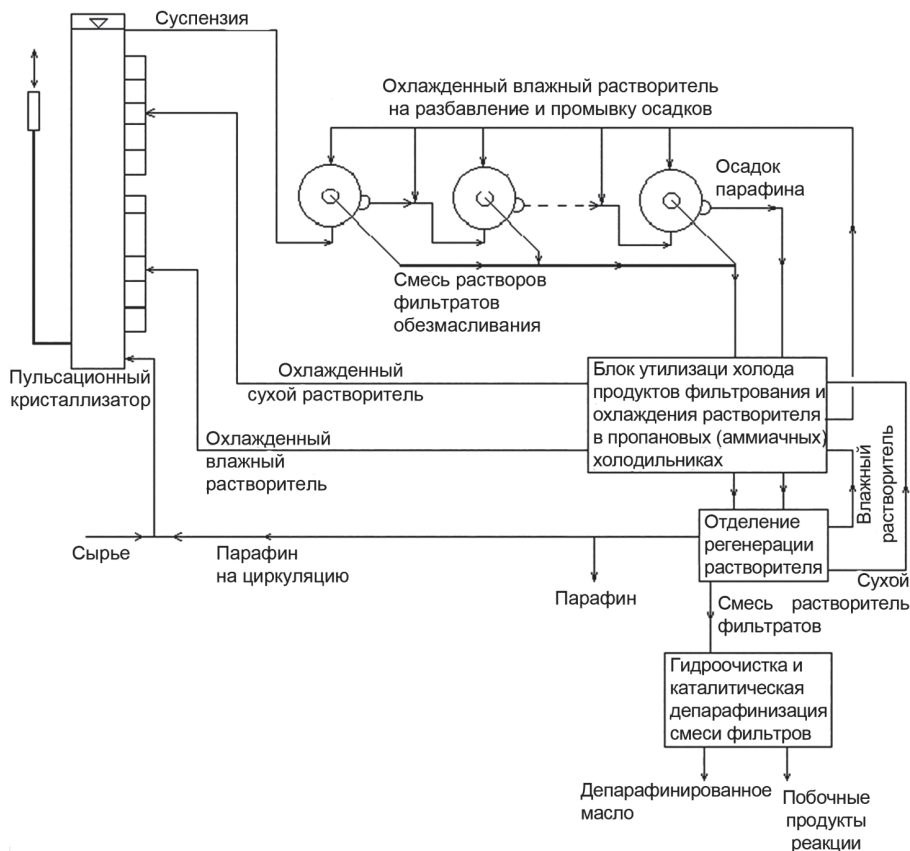


Рис. 4.18. Принципиальная схема комбинированного процесса получения парафинов и масел в сочетании сольвентного обезмасливания и каталитической депарафинизации при применении пульсационного кристаллизатора

Полученная смесь фильтратов обезмасливания может быть подвергнута каталитическим процессам гидродепарафинизации, или гидроизомеризации для повышения выхода масла с заданной температурой застывания наряду с увеличением индекса его вязкости.

Более подробно сущность разработанного процесса описана ниже. Сырье, разогретое до температуры, превышающей температуру начала кристаллизации в нем парафина на 8–12 °С, подают в первую секцию пульсационного кристаллизатора (рис. 4.18).

В качестве хладагентов, подаваемых в пульсационный кристаллизатор двумя потоками, используется охлажденный избирательный растворитель.

Пульсационное воздействие на сырьевую смесь в кристаллизаторе обеспечивает перемешивание сырьевого потока с хладагентами, непрерывно поступающими в секции аппарата. Сырьевой поток, двигаясь от секции к секции, охлаждается по мере разбавления его хладагентами.

Образующаяся в пульсационном кристаллизаторе суспензия поступает в фильтры, в которых производится разделение суспензии в две или три ступени. Осадки на фильтрах промываются растворителем, который также подается на разбавление между ступенями фильтрования.

Осадок с последней ступени фильтрования и смесь растворов фильтратов поступает в блок утилизации холода продуктов разделения суспензии и охлаждения растворителя в пропановых (аммиачных) холодильниках. После него смесь растворов фильтратов и осадок последней ступени фильтрования подается на секцию регенерации растворителя. Отогранный растворитель охлаждается продуктами фильтрования и после дополнительного охлаждения в пропановых (аммиачных) холодильниках подается в пульсационный кристаллизатор в виде хладагентов, и на разбавление и промывку осадков в фильтры.

Из секции регенерации отводится парафин. Часть парафина подается на разбавление сырья, образуя циркулирующий в системе поток. Балансовое количество парафина отбирается в виде готовой продукции. В случае необходимости этот парафин может далее подвергаться гидроочистке.

Смесь фильтратов после секции регенерации растворителя подается на блок каталитических процессов. На этом блоке могут осуществляться два процесса – гидроочистка смеси фильтратов и их каталитическая гидродепарафинизация, или гидроизомеризация.

Преимущества предлагаемой технологии иллюстрируются результатами экспериментальных исследований.

В качестве сырья использовали рафинат фр. 420–490 °С смеси западносибирских нефтей, основные свойства которого приведены ниже:

– плотность при 20 °С, кг/м ³	893
– температура плавления, °С	42
– показатель преломления	1,5029
– вязкость кинематическая, мм ² /с при 100 °С	10,3

Применяемый растворитель – смесь метилэтилкетона (МЭК) с толуолом с объемным содержанием МЭК – 60 %.

При моделировании описанного выше существующего комбинированного процесса [100–102] парафиновую суспензию получали в модели пульсационного кристаллизатора, охлаждали ее до температуры первой ступени депарафинизации, сначала фильтровали суспензию в режиме двухступенчатой депарафинизации

с последующим фильтрованием осадка гача второй ступени депарафинизации в одну ступень обезмасливания.

Основные параметры режимов получения суспензии, фильтрования и промывки осадков приведены в табл. 4.18.

После отгонки растворителя от продуктов разделения суспензии был составлен материальный баланс и определены свойства полученных продуктов. Основные показатели процесса приведены в табл. 4.19.

Таблица 4.18

**Основные параметры режимов получения суспензии, фильтрования
и промывки осадков**

Наименование показателей	Значение показателей при применении	
	Известной технологии	Новой технологии
Начальная температура сырья, °С	50	50
Количество парафина, подаваемого на смешение с сырьем, % мас. на сырье	—	5
Количество хладагентов, подаваемых в пульсационный кристаллизатор, мас. доли на сырье		
– фильтрат второй ступени в нижний коллектор	1,5 : 1,0	—
– охлажденный растворитель в нижний коллектор	—	1,5 : 1,0
– охлажденный растворитель в верхний коллектор	1,5 : 1,0	1,5 : 1,0
Температура хладагентов, подаваемых в пульсационный кристаллизатор, °С		
– фильтрата второй ступени в нижний коллектор	–2	—
– охлажденного растворителя в нижний коллектор	—	–2
– охлажденного растворителя в верхний коллектор	–20	–20
Температура суспензии на выходе из пульсационного кристаллизатора, °С	+2	+4
Температура фильтрования, °С		
– первая ступень	–25	+5
– вторая ступень	–15	+5
– третья ступень	+5	+5
Количество растворителя (мас. доли на сырье), подаваемого на промывку осадков в фильтры		
– первой ступени	1 : 1	0,7 : 1
– второй ступени	1 : 1	0,7 : 1
– третьей ступени	0,8 : 1	0,5 : 1

Наименование показателей	Значение показателей при применении	
	Известной технологии	Новой технологии
Количество растворителя (мас. доли на сырье), подаваемого на разбавление осадка после фильтров		
– первой ступени	1 : 1	0,7 : 1
– второй ступени	1 : 1	0,7 : 1
Общее количество растворителя, подаваемого на разбавление сырья, промывку и разбавление осадков, мас. доли на сырье	6,3	6,3

Моделирование процесса в соответствии со схемой, приведенной на рис. 4.18, осуществляли следующим образом.

Сырье, предварительно смешанное с 5 % мас. парафина (в расчете на сырье), предварительно полученного из этого рафината, подавали в модель пульсационного кристаллизатора, где оно смешивалось с охлажденным растворителем. Полученную суспензию фильтровали в три ступени при неизменной температуре, промывая осадки на каждой ступени и подавая растворитель на разбавление осадков между ступенями фильтрования. Основные параметры режимов получения суспензии, фильтрования и промывки осадков приведены в табл. 4.18.

От осадка третьей ступени фильтрования и смеси растворов фильтратов был отогнан растворитель.

Затем смесь фильтратов была подвергнута каталитической гидродепарафинизации с использованием цеолитсодержащего алюмоникельмолибденового катализатора селективного крекинга нормальных и слаборазветвленных алкановых углеводородов при следующих условиях: объемная скорость подачи сырья $0,5 \text{ ч}^{-1}$, температура $370 \text{ }^{\circ}\text{C}$, кратность подачи водородсодержащего газа $1000 \text{ нм}^3/\text{м}^3$ сырья, давление $4,5 \text{ МПа}$.

Смесь фильтратов, полученная по вышеприведенной технологии также была подвергнута каталитической гидроизомеризации с использованием цеолитсодержащего платинусодержащего катализатора селективной изомеризации нормальных и слаборазветвленных алкановых углеводородов при одинаковых условиях.

После этого был составлен материальный баланс и определены свойства полученных продуктов. Основные показатели процесса приведены в табл. 4.19.

При использовании платинусодержащего катализатора в процессе гидроизомеризации вместо селективного крекинга нормальных и слаборазветвленных

алкановых углеводородов происходит их изомеризация. Масла гидроизомеризации характеризуются более высоким индексом вязкости и температурой застывания. Недостатком этого процесса является более жесткие требования по содержанию сернистых и азотистых соединений в сырье процесса, которые являются каталитическими ядами.

Таблица 4.19

Основные показатели процессов

Показатели	Депарафинированное масло	Парафин	Фильтрат обезмасливания	Продукты реакции
Известная технология				
Температура застывания, °С	Не выше минус 15		+12	
Индекс вязкости	89			
Содержание масла, % (мас.)		Не более 2,0	78	
Температура плавления, °С		62		
Выход, % мас. на сырье	76	12	12	
Новая технология				
Температура застывания, °С				
– депарафинированного масла после каталитической гидродепарафинизации смеси фильтратов	–15			
– депарафинированного масла после каталитической гидроизомеризации смеси фильтратов	–10			
Индекс вязкости				
– депарафинированного масла после каталитической гидродепарафинизации смеси фильтратов	98			
– депарафинированного масла после каталитической гидроизомеризации смеси фильтратов	130			
Содержание масла, % (мас.)		До 0,8		
Температура плавления, °С		63		

Показатели	Депарафинированное масло	Парафин	Фильтрат обезмасливания	Продукты реакции
Выход, % (мас.) на сырье		12		
– смеси фильтратов обезмасливания	88			
– депарафинированного масла после каталитической гидродепарафинизации смеси фильтратов	80			8
– депарафинированного масла после каталитической гидроизомеризации смеси фильтратов	85			3

Обобщенные показатели процессов сведены в табл. 4.20.

Таблица 4.20

Обобщенные показатели процессов

Наименование показателей	Показатели при применении технологии	
	Известной	Новой
Количество ступеней фильтрования на стадии:		
– депарафинизации	2	–
– обезмасливания	1	3
Применение регенеративных скребковых кристаллизаторов	Не применяются	Не применяются
Применение испарительных скребковых кристаллизаторов	Применяются	Не применяются
Скорость фильтрования суспензии, % отн.:		
– по сырью (рафинату)	100	
– по смеси сырья (рафината) с циркулирующим парафином		164
Требуемая поверхность фильтрования в расчете на одинаковую загрузку по сырью (рафинату), % отн.	100	70
Возможность включения дополнительной ступени фильтрования (в случае необходимости повышения качества парафина и выхода депарафинированного масла) без увеличения количества фильтров	Нет	Да
Производительность установки по сырью без увеличения общего количества применяемых фильтров, % отн.	100	125–130

Наименование показателей	Показатели при применении технологии	
	Известной	Новой
Нагрузка на холодильное отделение, % отн.	100	Менее 40
Эксплуатационные затраты на ремонт и обслуживание испарительных скребковых кристаллизаторов	В полном объеме	Полностью исключаются
Наличие в схеме емкости для суспензии, поступающей из пульсационного кристаллизатора и насоса для подачи суспензии в испарительные скребковые кристаллизаторы	Да	Нет
Возможность применения низконапорного насосного оборудования для подачи сырья и растворителя в пульсационный кристаллизатор и блок охлаждения растворителей продуктами разделения суспензии	Нет	Да
Сокращение потребляемой мощности электрооборудования за счет отключения приводов валов испарительных кристаллизаторов и исключения насоса подачи суспензии в испарительные кристаллизаторы	Нет	Да

Внедрение разработанной технологии позволяет повысить выход депарафинированного масла с заданной температурой застывания на 4 % мас. в расчете на сырье – рафинат. Содержание масла в парафине снижается с 2 до 0,8 %, что дает возможность получения пищевого парафина марки П-2 (после гидроочистки) вместо технического парафина марки Т-2 (ГОСТ 23683-89).

При этом выход парафина в расчете на рафинат не снижается, несмотря на наличие потерь в виде легких нефтепродуктов – побочных продуктов реакций, протекающих на стадии каталитической депарафинизации.

Это объясняется тем, что в процессе, взятом за основу, количество побочного продукта, направляемого в топливную систему, в 1,5 раза выше. При этом с этим продуктом теряются как масляные, так и парафиновые компоненты сырья.

Продукты реакции каталитической депарафинизации направляются в топливную систему завода, куда, как правило, поступает фильтрат обезмасливания.

При проведении предлагаемого процесса скорость фильтрования суспензии повышается более, чем в 1,5 раза, что делает возможным повышение производительности установки на 25–30 % или включения фильтров с повышением количества ступеней фильтрования.

Одной из причин улучшения фильтрационных характеристик суспензии является более высокая температура фильтрования – снижение вязкости жидкой фазы суспензии. Добавляемый в сырье твердый парафин является модификатором кристаллической структуры, повышая концентрацию высокомолекулярных

парафинов, образующих при кристаллизации однородные крупные частицы твердой фазы.

При переработке рафинатов с низким содержанием твердых парафинов эта добавка обеспечивает повышение их концентрации в сырьевом растворе при относительно высоких температурах суспензии, выходящей из пульсационного кристаллизатора. Образующегося количества твердой фазы достаточно для образования на фильтрующей поверхности толщины осадка, требуемой для его эффективного фильтрования, промывки, сушки и отдувки.

Следует отметить, что введение в сырьевой поток такого количества твердых парафинов возможно только при применении объемного кристаллизатора, каковым является пульсационный. Попытка применения такого приема в скребковых кристаллизаторах приведет к быстрой забивке трубного пространства парафиновыми отложениями, нарушению нормальной работы аппаратов и технологического процесса в целом.

Повышение индекса вязкости масла объясняется тем, что каталитической гидродепарафинизации и гидроизомеризации подвергается смесь фильтратов, из которых удалена основная масса твердых высокомолекулярных *n*-алканов. Поэтому смесь фильтратов, обогащенная изо-алканами и незначительным количеством низкомолекулярных «мягких» парафинов не требует жестких условий проведения реакции. Кроме этого в смеси фильтратов, четко отделенных при фильтровании от твердой фазы, остаются высокоиндексные компоненты, часть из которых теряется с фильтратом обезмасливания при переработке согласно известной технологии.

Полный отказ от применения скребковых кристаллизаторов (регенеративных и испарительных) упрощает аппаратное оформление установки, снижает эксплуатационные затраты на ремонт и обслуживание этого оборудования.

Отсутствие необходимости охлаждения суспензии до низких температур снижает нагрузку на холодильное отделение более чем в 2 раза.

Исключение скребковых кристаллизаторов позволяет применять низконапорные насосы, что также приведет к сокращению энергопотребления.

4.1.4.7. Применение раздельной кристаллизации в комбинированном процессе депарафинизации – обезмасливания

Пульсационный кристаллизатор внедрен на двух комбинированных установках депарафинизации – обезмасливания [133, 134, 135, 142].

В этих процессах парафиновую суспензию в пульсационном кристаллизаторе получают путем многоступенчатого смешения сырья (рафинатов селективной очистки дистиллятных масляных фракций и деасфальтизатов) с холодным растворителем и фильтратом второй ступени депарафинизации.

Полученную в пульсационном кристаллизаторе суспензию охлаждают в испарительных (в рассмотренных случаях [133, 134] – пропановых) скребковых кристаллизаторах до температуры первой ступени депарафинизации с последующим фильтрованием в две ступени с получением фильтрата первой ступени – раствора депарафинированного масла – и осадка гача второй ступени фильтрования. Фильтрат второй ступени депарафинизации направляется в пульсационный кристаллизатор в качестве хладагента.

Осадок гача второй ступени депарафинизации после разбавления и повышения температуры поступает на стадию обезмасливания гача, где подвергается фильтрованию в одну или две ступени с получением осадка парафина и раствора побочного продукта – фильтрата обезмасливания.

С учетом того, что пульсационный кристаллизатор работает при атмосферном давлении, для прокачки полученной в нем суспензии через испарительные скребковые кристаллизаторы необходимо применение промежуточной емкости и насоса, что усложняет аппаратное оформление процесса.

Перекачка суспензии насосом приводит к изменению образовавшейся в пульсационном кристаллизаторе кристаллической структуры твердой фазы – кристаллов парафина – вследствие их измельчения, обусловленного механическим воздействием рабочего колеса, и частичного расплавления, вызванного нагревом перекачиваемой суспензии в рабочей части насоса. Это приводит к ухудшению фильтрационных характеристик суспензии – снижению скорости ее фильтрования и качества отделения жидкой фазы от осадка. Следствием этого является возникающее ограничение производительности установки по сырью, сокращение отбора депарафинированного масла и повышение содержания масла в гаче и, соответственно, в парафине.

Для получения парафина требуемого качества по содержанию масла необходимо вводить в процесс депарафинизации и обезмасливания дополнительное количество растворителя на промывку и разбавление осадков на всех ступенях фильтрования, увеличивая общую кратность растворителя к сырью, и, соответственно, энергозатраты на проведение процесса.

Цель выполнения комплекса работ, результаты которых приведены ниже – модернизация технологии комбинированного процесса депарафинизации – обезмасливания с применением пульсационного кристаллизатора, которая позволит устранить приведенные выше недостатки:

- обеспечить возможность увеличения производительности установки по сырью и отбора депарафинированного масла с получением парафина требуемого качества;
- снизить общую кратность растворителя к сырью;

- сократить количество применяемого оборудования – упростить аппаратное оформление процесса.

Принципиальная технологическая схема комбинированного процесса депарафинизации – обезмасливания с внедрением пульсационного кристаллизатора, применяемая в настоящее время [134], показана на рис. 4.19.

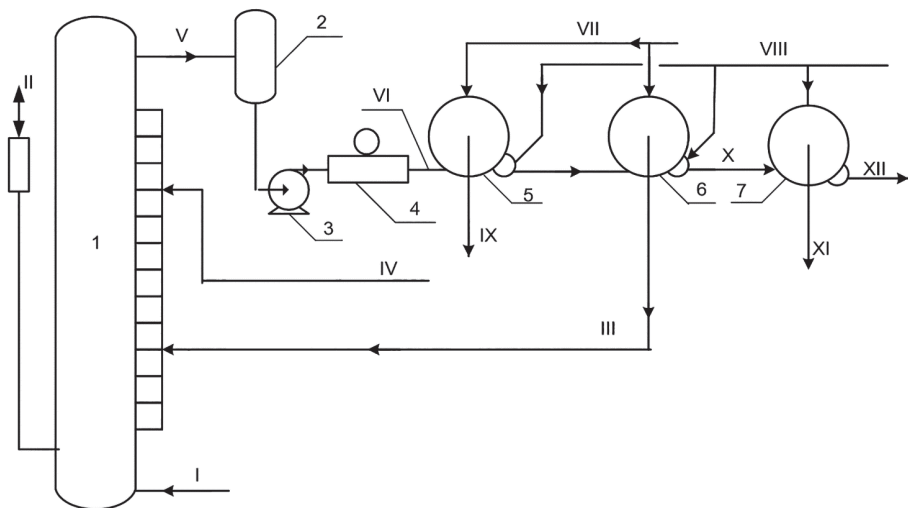


Рис. 4.19. Принципиальная технологическая схема комбинированного процесса депарафинизации-обезмасливания с внедрением пульсационного кристаллизатора, применяемая в настоящее время (пояснения в тексте)

Парафинсодержащее сырье – рафинат I подается в первую секцию пульсационного кристаллизатора 1. Сырье посредством пульсационного воздействия сжатым инертным газом II перемешивается в кристаллизаторе с двумя хладагентами – раствором фильтрата второй ступени депарафинизации III и охлажденным растворителем IV. Парафиновая суспензия V из пульсационного кристаллизатора 1 самотеком поступает в промежуточную емкость 2 откуда насосом 3 подается в испарительные (аммиачные или пропановые) скребковые кристаллизаторы 4, где она охлаждается до температуры фильтрования на первой ступени депарафинизации.

Полученная суспензия VI подвергается разделению на фильтрах первой и второй ступени депарафинизации 5, 6, где промывка осадков производится охлажденным растворителем VII. Разбавление осадков после первой и второй ступени депарафинизации осуществляется охлажденным растворителем VIII. Раствор фильтрата первой ступени депарафинизации IX поступает на секцию регенерации растворителя, где получают депарафинированное масло. Раствор

фильтрата второй ступени депарафинизации III направляют в пульсационный кристаллизатор в качестве хладагента.

Разбавленный растворителем осадок гача со второй ступени депарафинизации X поступает на фильтры ступени обезмасливания 7, промывка осадков в которых производится охлажденным растворителем VIII.

С фильтров 7 отводится раствор фильтрата обезмасливания XI и осадок парафина XII, поступающие на регенерацию растворителя.

Основные результаты процесса депарафинизации – обезмасливания рафината, основные свойства которого приведены в табл. 4.21, на производстве масел и парафинов КМ-2 ПАО «Славнефть-Ярославнефтеоргсинтез» сведены в табл. 4.22. Кроме параметров технологического режима приводятся показатели качества получаемой продукции.

Таблица 4.21

Основные физико-химические показатели качества сырья – рафината селективной очистки фр. 420–490 °С западносибирских и ухтинской нефтей

Наименование показателей	Значение показателей
Плотность при 20 °С, кг/м ³	871
Температура плавления, °С	+42
Содержание парафина, % мас.	18
Показатель преломления	1,4750
Вязкость кинематическая при 100 °С, мм ² /с	7,4

Таблица 4.22

Показатели технологического режима и полученные результаты комбинированного процесса депарафинизации и обезмасливания при переработке рафината фр. 420–490 °С смеси западносибирских и ухтинской нефтей

Наименование показателей	Значения показателей при реализации	
	существующей технологии	предлагаемой технологии
Производительность установки по сырью, м ³ /ч:	18	24
Температура сырья на входе в пульсационный кристаллизатор, °С	50	50
Количество фильтрата второй ступени депарафинизации и растворителя, подаваемых в пульсационный кристаллизатор, м ³ /ч / (объемная кратность к сырью):		
– растворитель	20/(1,11 : 1)	35/(1,45 : 1)
– фильтрат второй ступени депарафинизации	24–28/(1,67 : 1)	15/(0,63 : 1)

Наименование показателей	Значения показателей при реализации	
	существующей технологии	предлагаемой технологии
Температура суспензии на выходе из пульсационного кристаллизатора, °С	8–9	5–6
Количество фильтрата второй ступени обезмасливания, подаваемого на разбавление суспензии, выходящей из пульсационного кристаллизатора, м ³ /ч (объемная кратность к сырью)	–	29/(1,21 : 1)
Разбавление сырья перед первой ступенью фильтрования, м ³ /ч (объемная кратность к сырью):		
– растворителем, фильтратом второй ступени депарафинизации	50/(2,78 : 1)	
– растворителем, фильтратом второй ступени депарафинизации и второй ступени обезмасливания	–	79/(3,29 : 1)
Количество суспензии, поступающей на первую ступень фильтрования (депарафинизации или обезмасливания), м ³ /ч	68	103
Температура фильтрования, °С:		
1-й ступени депарафинизации	–(22–28)	–(22–28)
2-й ступени депарафинизации	–(4–6)	–(20–25)
1-й ступени обезмасливания	+(5–6)	+(5–6)
2-й ступени обезмасливания	–	+(5–6)
Количество, м ³ /ч		
– фильтрата 1 ступени депарафинизации	72,3	109,7
– осадка парафина	7,7	8,4
– осадка концентрата мягких парафинов	–	4,8
– фильтрата обезмасливания	15,1	–
Общее количество растворителя, подаваемого на кристаллизацию и фильтрование, м ³ /ч / (объемная кратность к сырью)	77 /(4,27 : 1)	99 /(4,13 : 1)
Выход, % мас.:		
– депарафинированного масла	76,3	77,1
– парафина	17,4	16,9
– фильтрата обезмасливания	6,3	–
– концентрата мягких парафинов	–	6,0

Наименование показателей	Значения показателей при реализации	
	существующей технологии	предлагаемой технологии
Содержание масла, % мас. – в парафине – в концентрате мягких парафинов	1,3–2,0 –	1,3–2,0 7,3
Выработка продукции, т/ч / т/сут: – депарафинированного масла – парафина – фильтрата обезмасливания – концентрата мягких парафинов	10,8/259,2 2,5/60 0,9/21,6 –	14,5/348 3,1/74,4 – 1,2/28,8
Температура плавления, °С: – парафина – концентрата мягких парафинов	62 –	65 37
Температура застывания депарафинированного масла, °С	–(17–15)	–(17–15)
Индекс вязкости депарафинированного масла	91	93
Количество фильтров в том числе на: 1-й ступени депарафинизации 2-й ступени депарафинизации 1-й ступени обезмасливания 2-й ступени обезмасливания	7 4 2 1 1	7 3 1 2 1

В качестве растворителя применяется смесь метилэтилкетона (МЭК) с толуолом с объемным соотношением 60 : 40 %.

В результате проведения комплекса исследовательских и проектно-конструкторских работ была разработана модернизированная технология комбинированного процесса депарафинизации – обезмасливания с применением пульсационного кристаллизатора и схема аппаратного оформления отделений кристаллизации и фильтрования для ее реализации.

В результате фиксированного пробега на указанной выше установке были проверены основные технические решения модернизированной технологии. Полученные результаты и последующие расчеты легли в основу окончательной редакции предлагаемого технического решения [136], описание которого приведено ниже.

В соответствии со схемой, приведенной на рис. 4.20, рафинат I подается в первую секцию пульсационного кристаллизатора 1.

Сырье посредством пульсационного воздействия сжатым инертным газом II перемешивается в кристаллизаторе с хладагентами – фильтратом второй ступени депарафинизации III и охлажденным растворителем IV – смесью метилэтилкетона (МЭК) с толуолом с объемным соотношением 60 : 40 %.

Сырьевая суспензия V из пульсационного кристаллизатора 1 самотеком поступает в питательную емкость фильтров первой ступени обезмасливания (на рис. 4.20 не показана), в которой разбавляется фильтратом второй ступени обезмасливания VI. Разбавленная фильтратом суспензия VII разделяется на фильтрах первой ступени обезмасливания 2. Далее суспензия, получаемая разбавлением осадка первой ступени обезмасливания, отфильтровывается на фильтрах второй ступени обезмасливания 3.

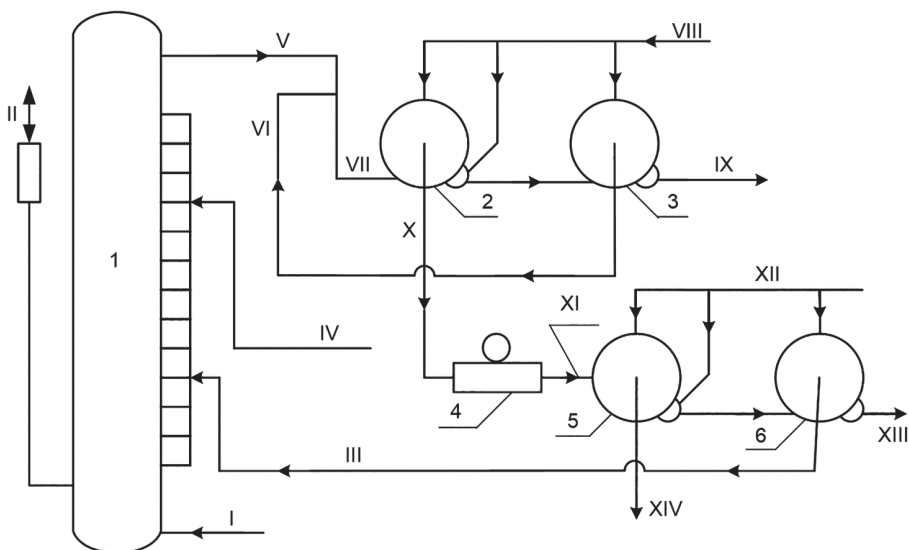


Рис. 4.20. Принципиальная технологическая схема комбинированного процесса обезмасливания-депарафинизации при внедрении технологии раздельной кристаллизации (пояснения в тексте)

Для промывки и разбавления осадков ступеней обезмасливания применяется охлажденный растворитель VIII. Осадок твердых парафинов IX подается на регенерацию растворителя.

Фильтрат первой ступени обезмасливания X подают на охлаждение в испарительные (аммиачные или пропановые) скребковые кристаллизаторы 4.

Полученная в них суспензия XI поступает на фильтры первой ступени депарафинизации 5.

Суспензия, получаемая разбавлением осадка первой ступени депарафинизации, отфильтровывается на фильтрах второй ступени депарафинизации 6. На промывку и разбавление осадков фильтров депарафинизации подается охлажденный растворитель XII.

Осадок второй ступени депарафинизации XIII направляется в отделение регенерации растворителя, где получают побочный продукт процесса – концентрат низкомолекулярных парафинов нормального и изо-строения с примесью масла. Фильтрат первой ступени депарафинизации XIV – раствор депарафинированного масла – подается в отделение регенерации растворителя.

В табл. 4.22 приведены параметры технологического режима и показатели качества получаемой продукции.

Следует отметить, что изменение последовательности стадий обезмасливания и депарафинизации при переработке рафинатов, возможно только при применении пульсационного кристаллизатора и исключении из схемы насоса перекачки полученной в нем суспензии (рис. 4.20). Образовавшиеся в КСП достаточно крупные однородные по размерам кристаллы, не подвергающиеся в насосе механическому измельчению и частичному растворению ввиду нагрева, образуют осадок, обеспечивающий высокую скорость фильтрования и качество отделения жидкой фазы.

К тому же фильтрование полученной в пульсационном кристаллизаторе суспензии в режиме обезмасливания без ее дополнительного охлаждения в испарительных скребковых кристаллизаторах происходит при более высокой температуре. Поэтому вязкость жидкой фазы этой суспензии ниже, также как и концентрация кристаллов парафина, определяющая толщину осадка при фиксированной фильтрующей поверхности.

Повышение скорости фильтрования суспензии столь существенно, что создается возможность сокращения фильтрующей поверхности фильтров первой и второй ступени фильтрования по ходу движения суспензии при повышении производительности установки по сырью. Необходимое количество фильтров снижается на первой ступени с четырех до трех, на второй ступени – с трех до одного. Освобождающиеся фильтры включаются на стадии двухступенчатой депарафинизации фильтрата первой ступени обезмасливания (см. рис. 4.20, табл. 4.22).

Достижению указанных выше преимуществ способствует отдельная кристаллизация высокомолекулярных «твердых» парафинов и низкомолекулярных «мягких» парафинов нормального и изостроения. Суспензия «твердых» парафинов формируется в пульсационном кристаллизаторе и разделяется на

стадии обезмасливания, тогда как суспензия «мягких» парафинов образуется при охлаждении фильтрата первой ступени обезмасливания до более низкой температуры с последующим ее разделением на стадии депарафинизации.

Это позволяет избежать образования полидисперсной кристаллической структуры, характерной для совместной кристаллизации этих парафинов при охлаждении раствора сырья до температуры депарафинизации согласно существующей технологии.

Причем дальнейшее повышение температуры фильтрования и содержания растворителя от ступени к ступени на стадии депарафинизации и последующей стадии обезмасливания приводит не только к снижению среднего размера кристаллов за счет их частичного растворения, но и к повышению дисперсии их размеров благодаря неодинаковой растворимости парафинов различной молекулярной массы и строения.

Этому сопутствуют низкие скорости фильтрования и качество отделения жидкой фазы от осадка, последствия которых указаны выше.

Сравнение показателей, приведенных в табл. 4.22, позволяет сделать следующие выводы – внедрение предлагаемого технического решения на примере конкретной установки обеспечивает следующие преимущества:

1. Повышение производительности по сырью с 18 до 24 м³/ч (на 33 %).
2. При снижении общей объемной кратности растворителя к сырью с 4,27 : 1 до 4,13 : 1 (при соответствующем сокращении удельных энергозатрат и сопоставимых отборах депарафинированного масла и парафина) суточная выработка целевой продукции повысится:

- депарафинированного масла с температурой застывания не выше минус 15 °С – на 88,8 т;
- парафина марки Т-1 или Т-2 – на 14,4 т.

3. Вместо фильтрата обезмасливания вырабатывается концентрат парафинов изостроения и низкомолекулярных парафинов нормального строения – «мягких» парафинов с содержанием масла 7,3 % мас. при его отборе близком к выходу фильтрата обезмасливания.

4. Повышение селективности разделения «твердых» и «мягких» парафинов, а также глубины извлечения масляных компонентов сырья при отдельной кристаллизации способствуют увеличению отбора низкомолекулярных изопарафиновых углеводородов в депарафинированное масло (вместо их потерь с фильтратом обезмасливания при существующей технологии), что приводит к повышению индекса вязкости на 2 пункта.

Кроме этого, исключается из схемы промежуточная емкость и насос для подачи суспензии из пульсационного кристаллизатора в испарительные скребковые

кристаллизаторы, что приводит к снижению капитальных и эксплуатационных затрат.

Нет необходимости в установке дополнительных фильтров и другого оборудования (насосов, емкостей и др.) – требуется только переобвязка существующей схемы в соответствии с предлагаемой технологией.

4.1.4.8. Повышение эффективности применения пульсационных кристаллизаторов при внедрении новой технологии регенерации растворителя

Основным растворителем, применяемым на большинстве установок сольвентной депарафинизации на масляных производствах России и зарубежных маслблоках, является смесь метилэтилкетона (МЭК) с толуолом. Применяемое соотношение этих компонентов зависит от ряда факторов, основным из которых является фракционный состав сырья, подлежащего депарафинизации.

Общепринятая технология регенерации растворителя из растворов депарафинированного масла и гача предусматривает образование «сухого» и «влажного» растворителей с содержанием воды, находящимся в пределах 0,3–0,6 и 1,2–2,3 % мас., соответственно (приведены наиболее характерные показатели).

Как правило, эти растворители раздельно используются в отделении кристаллизации и фильтрования.

Такое количество воды в циркулирующем на установке растворителе приводит к целому ряду негативных последствий:

- снижается эффективность работы теплообменного и фильтровального оборудования с нарушением стабильности технологического режима, вызванной необходимостью систематического прогрева теплообменников, кристаллизаторов и промывки фильтров;
- уменьшается отбор депарафинированного масла при повышении содержания масла в гаче за счет ухудшения фильтрационных характеристик суспензии и нарушений технологического режима;
- снижаются скорости фильтрования и, как следствие, возникают ограничения производительности установки по сырью;
- появляются проблемы с охлаждением необходимого количества «влажного» растворителя до требуемых температур, что приводит к ограничению возможностей его использования;
- сокращается межремонтный пробег кристаллизационного и фильтровального оборудования ввиду повышения его коррозионного и механического износа;
- применение большого количества острого водяного пара в отделении регенерации является причиной высокой энергоемкости производства;

- используемый острый водяной пар непосредственно контактирует с технологическими потоками отделения регенерации, что приводит к образованию большого количества сточных вод (снижению экологической безопасности производства) и необходимости применения дополнительного оборудования для удаления остатков воды из депарафинированного масла для получения кондиционной продукции.

Целью выполненного комплекса работ (включающего исследования, решение инжиниринговых и проектных задач), результаты которых приведены в настоящей работе, является модернизация технологии регенерации растворителя, обеспечивающая предотвращение образования «влажного» растворителя за счет исключения введения в систему острого водяного пара.

Внедрение предлагаемого технического решения обеспечивает не только устранение приведенных выше проблем, но и упрощает аппаратное оформление всего отделения регенерации.

Принципиальная схема включения отпарных и кетоновой колонн отделения регенерации растворителя типовой установки депарафинизации с емкостями получаемых в них дистиллятных потоков приведена на рис. 4.21.

Обозначение колонн и емкостей принято в соответствии с наиболее распространенными обозначениями в проектах типовых установок депарафинизации.

Анализ состава потоков депарафинированного масла и гача, получаемых соответственно после трех и двух ступеней испарения растворителя, отводимых из кубовой части колонн К-3, К-6 (на рис. 4.21 не изображены), и поступающих в отпарные колонны К-4, К-7, как правило, показывает отсутствие воды в этих потоках или содержание на уровне порядка 0,01–0,012 % мас. в расчете на нефтепродукт.

В колонны К-4, К-7 подается острый водяной пар для отпарки остатков растворителя – обеспечения требуемой температуры вспышки получаемого депарафинированного масла и гача.

Смесь паров воды и растворителя из отпарных колонн К-4, К-7 поступает в холодильник-конденсатор. Далее сконденсированный и охлажденный поток подается в емкость «обводненного» растворителя Е-7а, где происходит декантация водной фазы с растворенным в ней метилэтилкетом (МЭК), отводимой в кетоновую колонну К-8.

В низ кетоновой колонны подается острый водяной пар для отпарки МЭК из воды. Поток воды из кетоновой колонны дренируется в промышленную канализацию.

Отпаренные компоненты растворителя с примесью воды в паровой фазе из К-8 направляются в холодильник-конденсатор, откуда в жидкой фазе поступают в емкость «обводненного» растворителя Е-7а.

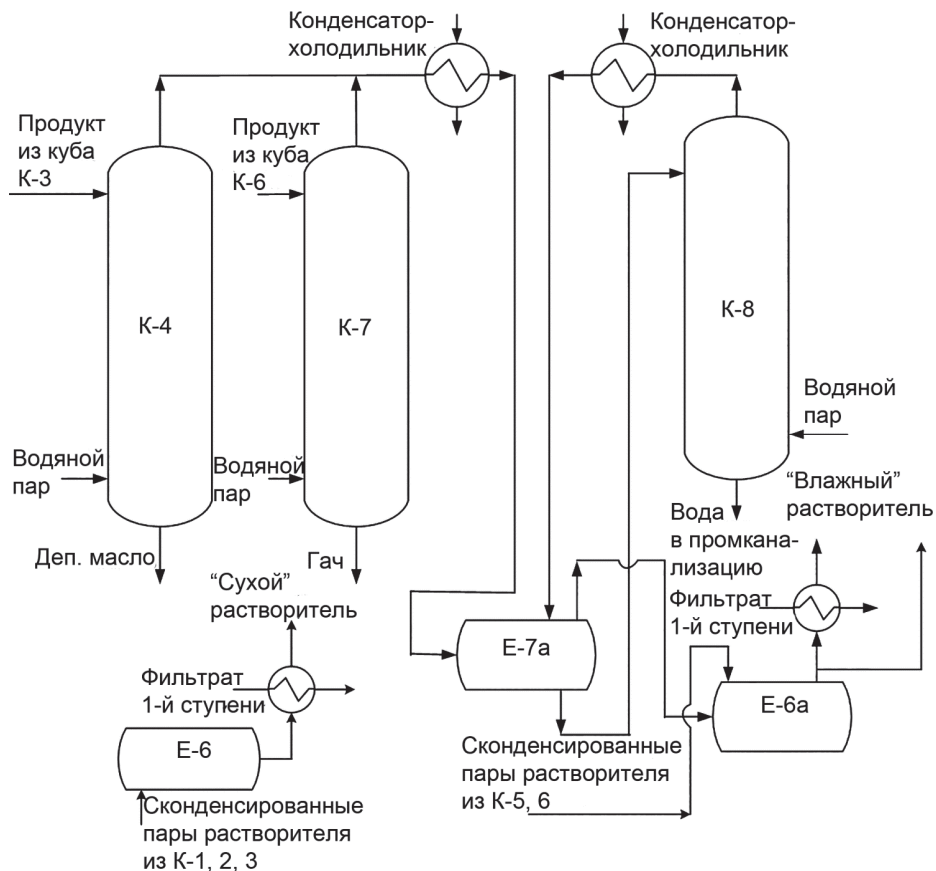


Рис. 4.21. Принципиальная схема включения отпарных и кетоновой колонн отделения регенерации растворителя типовой установки депарафинизации с емкостями получаемых в них дистиллятных потоков (обозначения см. в тексте)

Поток из верхнего слоя емкости E-7a, представляющий собой растворитель с растворенной в нем водой, подают в емкость E-6a «влажного» растворителя, куда также поступает сконденсированный и охлажденный растворитель из колонн испарения растворителя из раствора гача K-5, K-6 (на рис. 4.21 не показаны), работающих при избыточном давлении.

В емкости E-6a происходит дополнительная декантация воды, отводимой из ее нижней части. «Влажный» растворитель двумя потоками, один из которых охлаждается фильтратом первой ступени депарафинизации, поступает в отделение кристаллизации.

Смесь потоков дистиллятов из колонн К-1, К-2, К-3 испарения растворителя из раствора депарафинированного масла (на схеме не показаны), работающих при избыточном давлении, после конденсации и охлаждения направляется в емкость «сухого» растворителя Е-6. «Сухой» растворитель после охлаждения фильтратом первой ступени депарафинизации и дальнейшего охлаждения в аммиачных (пропановых) холодильниках поступает в отделение фильтрования.

Кубовые продукты колонн К-4 и К-7 являются депарафинированным маслом и гачем.

Таким образом, в отпарных колоннах К-4, К-7, работающих при небольшом избыточном давлении, при подаче в кубовую часть острого водяного пара для снижения парциального давления растворителя, происходит окончательное удаление растворителя из депарафинированного масла и гача с достижением требуемой температуры вспышки.

Следствием подачи водяного пара в отпарную колонну К-4 является то, что содержание воды в отводимом депарафинированном масле, находится на уровне 0,03 % мас. (по ГОСТ 2477-65 – «следы») и более, т. е. выше чем в потоке, входящем в колонну (в расчете на депмасло).

Для доведения этого показателя до значений, отвечающих современным требованиям (по ГОСТ 2477-65 – «отсутствие»), устанавливается дополнительная осушительная колонна (на рис. 4.21 не показана), удаление остатков воды в которой осуществляется за счет создания вакуума паровыми эжекторами. Причем эта колонна (в сочетании с вакуум создающей системой и добавляемым насосом откачки кондиционного депарафинированного масла) является дополнительным оборудованием, не предусмотренным проектами типовых установок депарафинизации.

Т. е. подача значительного количества водяного пара в отпарные колонны К-4, К-7 с одной стороны обеспечивает извлечение остатков растворителя из депарафинированного масла и гача, с другой – повышает содержание в них воды. А удаление воды из депарафинированного масла требует установки осушительной колонны с энергоемкой вакуум создающей системой, потребляющей острый пар в качестве рабочего потока эжекторов.

После декантации водной фазы верхний слой емкости «обводненного» растворителя Е-7а перетекает в емкость «влажного» растворителя Е-6а, в которой после дополнительного отстоя водной фазы образуется «влажный» растворитель, содержащий, как правило 1,2–2,3 % мас. воды.

В кетоновой колонне К-8 за счет выделения МЭК из водной фазы емкости «обводненного» растворителя сводятся к минимуму потери метилэтилкетона с водой, дренiruемой из кубовой части колонны в промканализацию.

Для решения поставленной задачи, сущность которой изложена выше, предлагается модернизация отделения регенерации установок депарафинизации [143, 144], основные технические решения которой отражены на принципиальной схеме, приведенной на рис. 4.22.

В кубовую часть колонн К-4,7 подается азот. Парогазовая смесь из этих колонн поступает в холодильник, из которого поток подается на прием жидкостно-кольцевого вакуумного насоса.

В качестве рабочей (уплотняющей) жидкости жидкостно-кольцевого вакуумного насоса используется часть растворителя, циркулирующего по контуру: вакуумный насос – емкость Е-6 – теплообменник охлаждения фильтратом первой ступени – вакуумный насос. Количество циркулирующего растворителя, применяемого в качестве уплотняющей жидкости – $4-6 \text{ м}^3/\text{ч}$.

С выкида насоса газо-жидкая смесь при избыточном давлении поступает в емкость Е-6. При этих условиях пары растворителя полностью конденсируются. В емкости Е-6 происходит сепарация азота, который поступает в линию дыхания установки.

Компримирование в вакуумном насосе парогазовой смеси сопровождается ее нагревом. Избыточное тепло парогазовой смеси передается рабочей жидкости – циркулирующему потоку растворителя – и далее отводится в теплообменнике, в котором охлаждение фильтратом первой ступени производится вместе с потоком растворителя, направляемым в испарительные холодильники и далее в соответствии с принятой технологией кристаллизации и фильтрования.

При этом обеспечивается более полная утилизация холода фильтрата первой ступени при соответствующем снижении тепловой нагрузки на отделение регенерации. Повышения нагрузки на холодильное отделение не предусматривается.

Кетоновая колонна сохраняется в схеме и ее привязка остается без изменения. Но существенно меняется режим ее работы.

Происходит резкое сокращение количества вводимой в систему воды, ввиду полного отключения подачи острого пара в отпарные колонны. Основными источниками воды становятся сырье, узлы охлаждения уплотнений сальников и др. с несоизмеримо меньшим количеством поступления в единицу времени. Т. е. количество воды, вводимой в емкость «обводненного» растворителя Е-7а (включая перекачки из дренажной емкости Е-10) становится несоизмеримо меньшим. Кетоновая колонна К-8 переводится в режим периодической работы – обрабатывает водную фазу из Е-7а и может быть отключена на время набора уровня воды в ней.

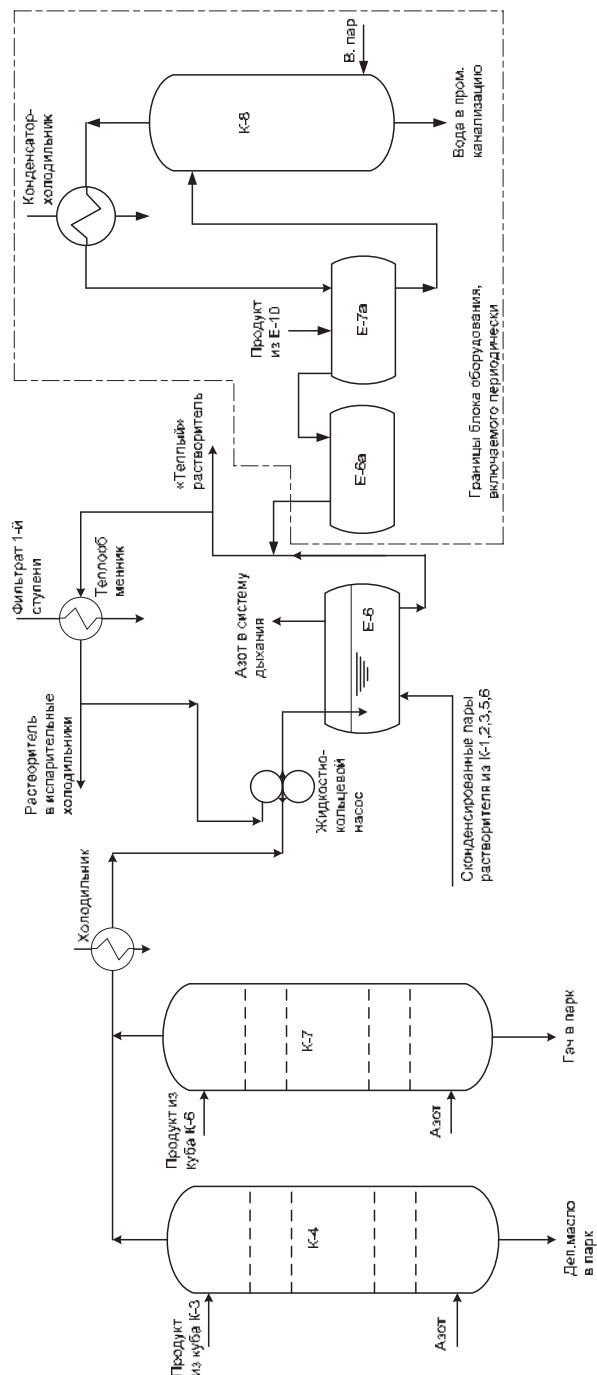


Рис. 4.22. Принципиальная схема реализации основных решений модернизированной технологии регенерации растворителя

Время образования верхнего слоя растворителя в Е-7а, равновесного с нижним водным слоем (по содержанию воды), и образующего при перетоке в Е-6а «влажный» растворитель, значительно увеличивается, следовательно, снижается количество «влажного» растворителя.

По мере сокращения количества «влажного» растворителя, поступающего в емкость Е-6а (с учетом цикличности накопления «обводненного» растворителя в Е-7а), снижается содержание воды в растворителе, отводимом из колонн К-5, 6, также как из колонн К-1, 2, 3.

В итоге в растворителе, циркулирующем в системе установки, происходит постепенное снижение содержания воды. Т. е. речь идет не о полном отсутствии воды в растворителе, а о снижении ее содержания до определенного минимального уровня – 0,1–0,3 % мас., что соответствует категории специально осушенного растворителя.

Азот после сепарации в емкости Е-6, поступая в систему дыхания установки, не является избыточным, т. к. компенсирует потери инертного газа и расход отводимого из системы инертного газа по мере повышения содержания в нем кислорода.

В качестве примера ниже приведены результаты расчетов основных параметров технологического режима блока отпарных колонн и показатели работы отделения регенерации растворителя установки депарафинизации.

Растворы депарафинированного масла и гача получены в результате депарафинизации рафината селективной очистки масляного вакуумного дистиллята фр. 420–490 °С, выделенного из смеси западносибирских и ухтинской нефтей. Основные свойства рафината приведены в табл. 4.23.

Применяемый растворитель – смесь метилэтилкетона (МЭК) с толуолом с объемным отношением компонентов 60 : 40 %.

Производительность установки по рафинату – 24 м³/ч, общая объемная кратность растворителя к сырью – 2,7 : 1.

Параметры острого пара – температура 220 °С, давление 10 кгс/см².

Таблица 4.23

Основные физико-химические показатели качества сырья – рафината фр. 420–490 °С

Наименование показателей	Значение показателей
Плотность при 20 °С, кг/м ³	871
Температура плавления, °С	+42
Содержание парафина, % мас.	18
Показатель преломления	1,4750
Вязкость кинематическая при 100 °С, мм ² /с	7,4

Сравниваются показатели традиционной и предлагаемой технологии регенерации растворителя. Принципиальные схемы, отражающие основные технические решения, приведены на рис. 4.21, 4.22. Основные параметры технологического режима блока отпарных колонн и показатели работы отделения регенерации растворителя приведены в табл. 4.24.

Таблица 4.24

**Основные параметры технологического режима блока отпарных колонн
и показатели работы отделения регенерации растворителя**

Наименование показателей	Значения показателей при применении технологии	
	традиционной	предлагаемой
Основные параметры технологического режима		
Отпарная колонна на потоке раствора депарафинированного масла К-4		
Давление верха (абсолютное), кгс/см ²	1,2	0,2
Температура, °С:		
– питание	177	175
– верх	175,8	173,7
– низ	175,6	173,3
Отпарная колонна на потоке раствора гача К-7		
Давление верха (абсолютное), кгс/см ²	1,2	0,2
Температура, °С:		
– питание	170	170
– верх	169,8	169,9
– низ	170,7	169,6
Кетоновая колонна К-8		*
Давление верха (абсолютное), кгс/см ²	1,1	
Температура, °С:		
– питание	42,1	
– верх	70,5	
– низ	107,1	
Температура, °С:		
– емкость обводненного растворителя Е-7а	42,1	*
– емкость влажного растворителя Е-6а	40	
– емкость сухого растворителя Е-6	40	40

Наименование показателей	Значения показателей при применении технологии	
	традиционной	предлагаемой
Расход острого пара, кг/ч:		
– в К-4	350	–
– в К-7	150	–
– в К-8	70	*
Расход азота, кг/ч:		
– поток в К-4	–	35
– поток в К-7	–	15
Показатели работы отделения регенерации		
Содержание воды в растворителе, % мас.		
– «влажный» растворитель в Е-6а	2,3	*
– «сухой» растворитель в Е-6	0,5	
– общий поток растворителя из отделения регенерации – поток из Е-6 и Е-6а	–	0,1-0,3
Содержание воды в депарафинированном масле из К-4, % мас.	0,03 («следы») – 0,04	«Отсутствие»
Содержание воды в депарафинированном масле из осушительной колонны, % мас.	«Отсутствие»	**
Температура вспышки депарафинированного масла, °С:		
– из осушительной колонны	Не ниже 260	**
– из К-4	–	Не ниже 260
Количество сточной воды из кетоновой колонны К-8, кг/ч	567	*
Примечания:		
* Кетонная колонна включается периодически, при ее включении технологические параметры в К-8, Е-7а, Е-6а аналогичны параметрам при традиционной технологии.		
** Осушительная колонна отключается.		

Внедрение предлагаемой технологии регенерации предусматривает незначительную переобвязку существующей аппаратуры с добавлением в схему жидкостно-кольцевого вакуумного насоса. Реализация проекта не потребует значительных капитальных затрат и позволит подобрать оптимальный технологический режим применительно к конкретной установке.

Предпочтительным типом вакуумного насоса является агрегат из серии ТС производства компании Nash (Германия).

Особо необходимо отметить, что в предлагаемой схеме рабочей жидкостью насоса является растворитель (МЭК + толуол), при этом максимально задействуется уже существующий на установках депарафинизации контур циркуляции растворителя с теплообменниками и насосным оборудованием. Растворитель проходит через насос по так называемой «открытой схеме», когда он подаётся из внешнего источника и отводится во внешний контур, в котором осуществляется сепарация газовой составляющей нагнетаемого потока. Это решение существенно сокращает капитальные затраты, позволяет экономить место для монтажа насоса и значительно снижает сроки окупаемости.

На большинстве типовых установок депарафинизации для реализации предлагаемой технологии регенерации растворителя может быть применен насос, основные технические характеристики которого приведены ниже:

Скорость вращения вала насоса, об/мин (прямой привод)	750
Скорость вращения вала электродвигателя, об/мин	750
Мощность установленного электродвигателя, кВт	55
Расход рабочей жидкости, м ³ /ч	4–6
Уплотнения вала	Двойные торцовые
Пригодность для использования во взрывоопасной зоне по АТЕХ для группы газа IIG, внутри/снаружи	2/2

Реализация разработанных технических решений в отделении регенерации растворителя установки депарафинизации обеспечит следующие преимущества:

1. Исключение из системы осушительной колонны и насоса откачки депарафинированного масла из ее кубовой части.
2. Отключение подачи острого пара в отпарные колонны и эжекторы осушительной колонны, что дает возможность сокращения его расхода на 900–1000 кг/ч. При этом обеспечивается требуемая температура вспышки депарафинированного масла и гача, содержание воды не только в депарафинированном масле, но в гаче – «отсутствие».
3. Исключение систематического образования «обводненного», следовательно, и «влажного» растворителей создает ситуацию, когда вместо «влажного» и «сухого» растворителей на установке будет циркулировать растворитель с содержанием воды 0,1–0,3 % мас., что соответствует категории специально осушенного растворителя.

Это позволит:

- повысить эффективность работы теплообменного и фильтровального оборудования за счет стабилизации технологического режима – существенного снижения частоты прогревов теплообменников, кристаллизаторов и промывки фильтров;
- увеличить отбор депарафинированного масла при снижении содержания масла в гаче за счет улучшения фильтрационных характеристик суспензии и стабилизации технологического режима;
- обеспечить возможность охлаждения необходимого количества растворителя до любых требуемых температур – устранить существующую ранее проблему охлаждения «влажного» растворителя;
- увеличить межремонтный пробег кристаллизационного и фильтровального оборудования за счет снижения его коррозионного и механического износа.

4. При необходимости производительность установки может быть увеличена.

5. Повышение экологической безопасности производства за счет сокращения количества сточных вод ввиду исключения подачи острого пара в отпарные колонны и эжекторы осушительной колонны.

6. С учетом низких капитальных вложений на реализацию проекта, существенного сокращения эксплуатационных затрат и достижения указанных выше технологических преимуществ предварительно рассчитанный срок окупаемости общих затрат не превысит одного года.

4.1.5. Конструктивные и технологические параметры пульсационного кристаллизатора

Разработанный промышленный пульсационный кристаллизатор смешения предназначен для применения в процессах переработки широкого спектра видов сырья – депарафинизации рафинатов дистиллятных и остаточных масляных фракций и обезмасливания гачей и петролатумов. Установленная максимальная производительность аппарата по рафинату в процессе депарафинизации – до 45 м³/ч. Аппарат также успешно работает при снижении загрузки по сырью до 6–10 м³/ч.

При внедрении аппарата на различных производствах возможна корректировка конструкции кристаллизатора в зависимости от особенностей процесса.

Расход инертного газа на пульсацию составляет 80–140 нм³/ч при требуемом давлении инертного газа 70–90 кПа. Возможно использование инертного газа с выкида вакуумного компрессора отделения фильтрования, либо подача

из линии подпитки установки инертным газом с последующим сбросом его в систему дыхания.

Для создания пульсации разработано специальное устройство – пульсатор, эксплуатация которого показала высокую надежность этого агрегата и системы его управления. Пульсатор может работать при давлении инертного газа до 1,5–2,0 кгс/см² в широком диапазоне расхода газа и режима пульсации.

4.1.6. Сопоставление эффективности комбинированного процесса депарафинизации-обезмасливания с применением пульсационного кристаллизатора с показателями технологии Dilchill

Схема кристаллизатора смешения, применяемого в процессе Dilchill (лицензиар – фирма ExxonMobil) и принципиальная схема комбинированного процесса депарафинизации – обезмасливания показаны на рис. 4.23, 4.24 [103, 108].

Сопоставление эффективности внедрения пульсационного кристаллизатора и кристаллизатора Dilchill в комбинированном процессе депарафинизации – обезмасливания приведено в табл. 4.25.

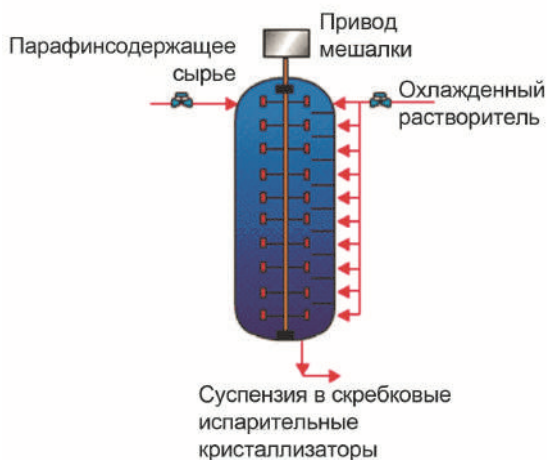


Рис. 4.23. Схема кристаллизатора Dilchill

При сравнении показателей, приведенных в табл. 4.25, видно, что внедрение пульсационного кристаллизатора смешения (вместо регенеративных скребковых кристаллизаторов) по эффективности не уступает показателям процесса Dilchill. Причем в плане аппаратного оформления пульсационный кристаллизатор отличается простотой конструкции, что неизбежно сказывается на стоимости аппарата и его обслуживания, надежности в эксплуатации.

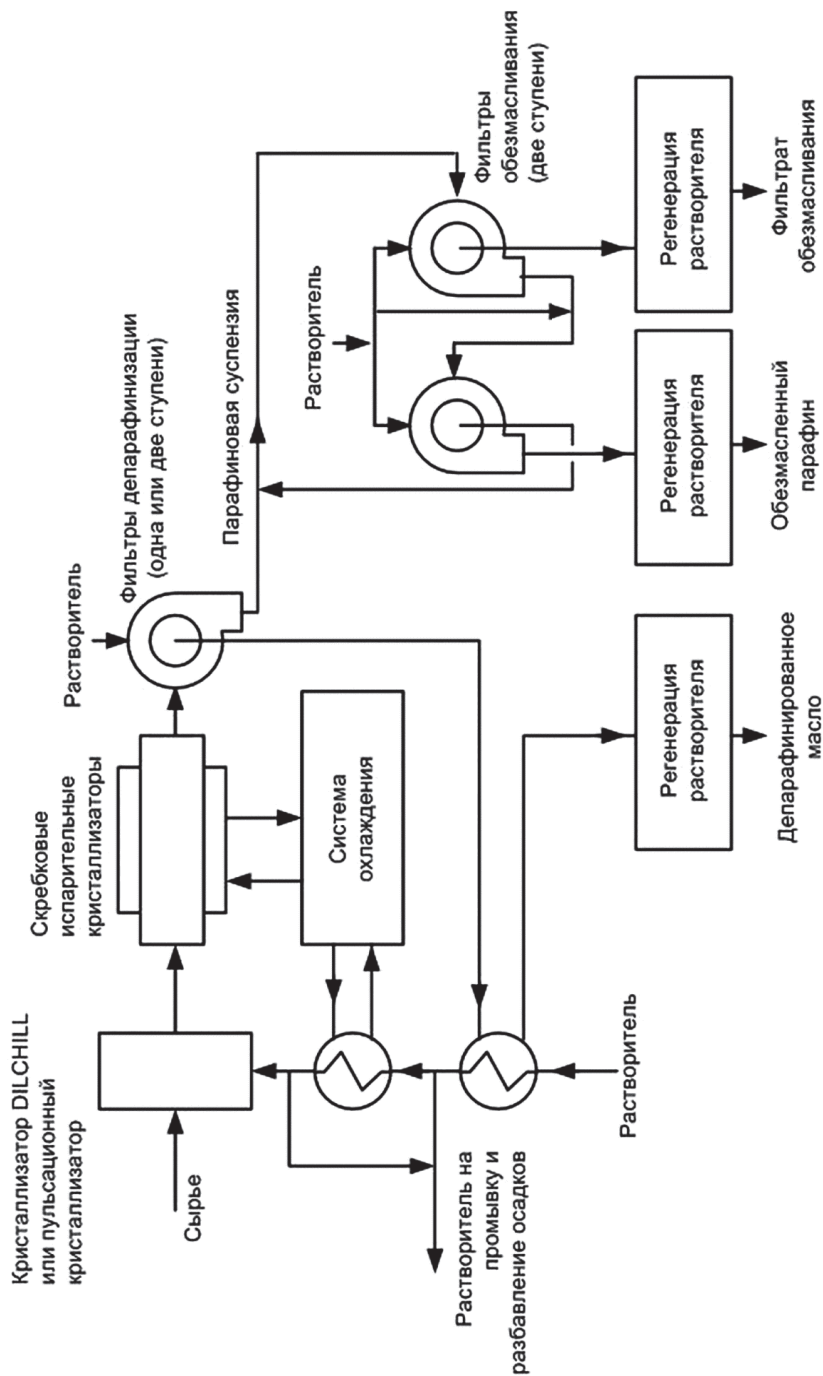


Рис. 4.24. Принципиальная схема комбинированного процесса депарафинизации – обезмасливания с применением пульсационного кристаллизатора или кристаллизатора Dilchill (типовой вариант)

**Показатели внедрения пульсационного кристаллизатора и кристаллизатора Dilchill
в комбинированном процессе депарафинизации – обезмасливания
(при сравнении показателей за базу принято применение регенеративных скребковых
кристаллизаторов типа «труба в трубе»)**

Наименование показателей	Показатели при применении	
	пульсационного кристаллизатора	кристаллизатора Dilchill
Количество ступеней фильтрования на стадии:		
– депарафинизации	2	2
– обезмасливания	2	2
Сокращение кратности разбавления сырья растворителем перед первой ступенью депарафинизации, %	25–30	До 30
Применение регенеративных скребковых кристаллизаторов	Не применяются	Не применяются
Возможность сокращения поверхности испарительных скребковых кристаллизаторов в связи со снижением кратности разбавления сырья растворителем, %	До 20	До 20
Сокращение нагрузки на холодильное отделение, %	15–17	До 17
Снижение эксплуатационных затрат на ремонт и обслуживание кристаллизационного оборудования	За счет полного исключения регенеративных скребковых кристаллизаторов	За счет полного исключения регенеративных скребковых кристаллизаторов
Возможность снижения поверхности фильтрования (количества фильтров), %	20–30	Нет данных
Возможность повышения производительности установки по сырью без реконструкции блока регенерации и холодильного отделения (без сокращения общего количества применяемых фильтров), %	27–30	20–30
Повышение выхода депарафинированного масла, % мас. на сырье	4–6	3–5
Содержание масла в парафине второй ступени обезмасливания, % мас.	До 0,5–0,8	До 0,5–0,8
Наличие перемешивающего устройства в кристаллизаторе смешения и необходимость его обслуживания и ремонта	–	+
Масса, т:		
– кристаллизатора пульсационного смешения с пульсатором	18	
– кристаллизатора Dilchill		Нет данных

Наименование показателей	Показатели при применении	
	пульсационного кристаллизатора	кристаллизатора Dilchill
Гидродинамические характеристики работы кристаллизаторов – потеря напора на преодоление гидравлического сопротивления в кристаллизаторах, включенных в процесс получения суспензии, кгс/см ² : – в пульсационном кристаллизаторе и испарительных скребковых кристаллизаторах – в кристаллизаторе Dilchill и испарительных скребковых кристаллизаторах	2+10	Нет данных
Потребляемая мощность, кВт: – на компремирование инертного газа для создания пульсации, сырьевого насоса и дополнительно устанавливаемого насоса подачи суспензии в испарительные скребковые кристаллизаторы – сырьевого насоса и привода мешалки кристаллизатора Dilchill	228	240

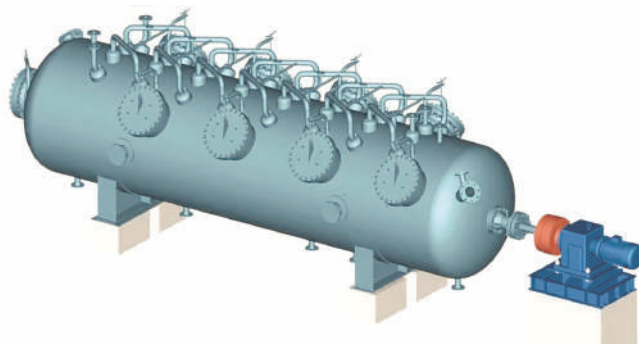
4.1.7. Сопоставление эффективности пульсационного кристаллизатора с регенеративными кристаллизаторами скребкового типа

Представляет интерес сравнение эффективности пульсационного кристаллизатора с регенеративными скребковыми кристаллизаторами, к которым относятся применяемые в настоящее время кристаллизаторы типа «труба в трубе», и предлагаемыми в качестве альтернативы «дисковыми кристаллизаторами» [141].

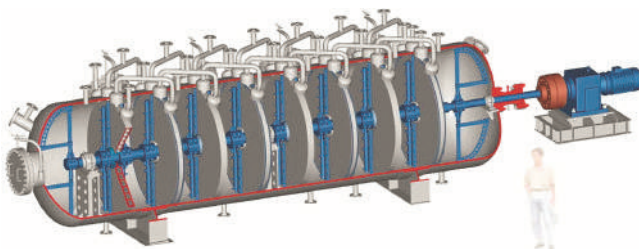
Сопоставление с регенеративными скребковыми кристаллизаторами типа «труба в трубе» приведено в разделе 4.1.6.

По принципу действия дисковый кристаллизатор идентичен применяемым в настоящее время регенеративным скребковым кристаллизаторам типа «труба в трубе» – охлаждение сырьевого потока осуществляется через теплопередающую поверхность. Отличие заключается в конфигурации этой поверхности.

Теплопередающие элементы дискового кристаллизатора выполнены в виде плоских полых дисков, внутри которых движется хладагент, как правило, это фильтрат первой ступени депарафинизации [141]. Теплопередающая поверхность дисков очищается от образующегося слоя парафина скребками, установленными на валу, приводимом во вращение электродвигателем с редуктором. На рис. 4.25 показан общий вид и продольный разрез дискового скребкового кристаллизатора, на рис. 4.26 – его принципиальная (упрощенная) схема.



а)



б)

Рис. 4.25. Дискový кристаллизатор регенеративный:

а – общий вид; *б* – продольный разрез

На рис. 4.27, 4.28 приведены схема регенеративного скребкового кристаллизатора типа «труба в трубе» и фрагмент секции скребкового кристаллизатора со скребковым устройством.

За исключением некоторых пока только заявляемых преимуществ, дисковый кристаллизатор во многом унаследовал недостатки, присущие традиционным регенеративным скребковым кристаллизаторам типа «труба в трубе». К ним относится, прежде всего, сложность конструкции, низкая надежность и, как следствие, высокие затраты на ремонт и эксплуатацию.

Причем для дискового кристаллизатора, в отличие от кристаллизатора «труба в трубе», для предотвращения поломок скребковых элементов и нарушения нормальной работы аппарата требуется чрезвычайная точность изготовления и сборки деталей кристаллизатора, что обусловлено особенностями его конструкции. Это показали результаты промышленных испытаний. Малейшие отклонения от заданной технологии изготовления приводят к полному выходу аппарата из строя.

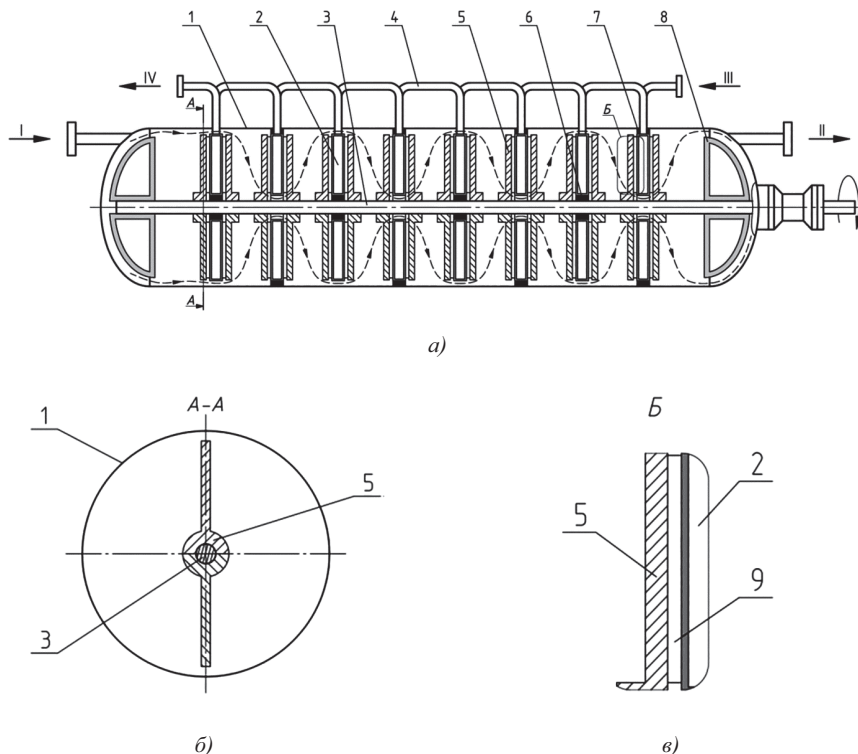


Рис. 4.26. Принципиальная (упрощенная) схема дискового кристаллизатора регенеративного:

a – продольный разрез; *б* – сечение плоскостью А-А; *в* – вид Б. Элементы конструкции:

1 – цилиндрический корпус; *2* – охлаждающий диск; *3* – приводной вал;

4 – система переточных патрубков; *5* – скребковое устройство (СУ); *6* – центральное уплотнение; *7* – периферийное уплотнение; *8* – рамная мешалка; *9* – скребковый элемент.

Технологические потоки: *I* – вход сырьевой смеси; *II* – выход суспензии;

III, IV – вход и выход хладагента-фильтрата

Конструктивные и технологические характеристики регенеративных скребковых кристаллизаторов типа «труба в трубе», дисковых кристаллизаторов и пульсационного кристаллизатора приведены в табл. 4.26. Сопоставление произведено применительно к типовой установке депарафинизации.

В табл. 4.26 отсутствует ряд показателей, касающихся дисковых кристаллизаторов, ввиду крайне ограниченного объема опубликованных данных ни один из изготовленных и испытанных дисковых регенеративных скребковых кристаллизаторов в настоящее время не эксплуатируется. Декларируемые

преимущества не подтверждены результатами фиксированных пробегов или четкими ссылками на какие-то другие источники информации.

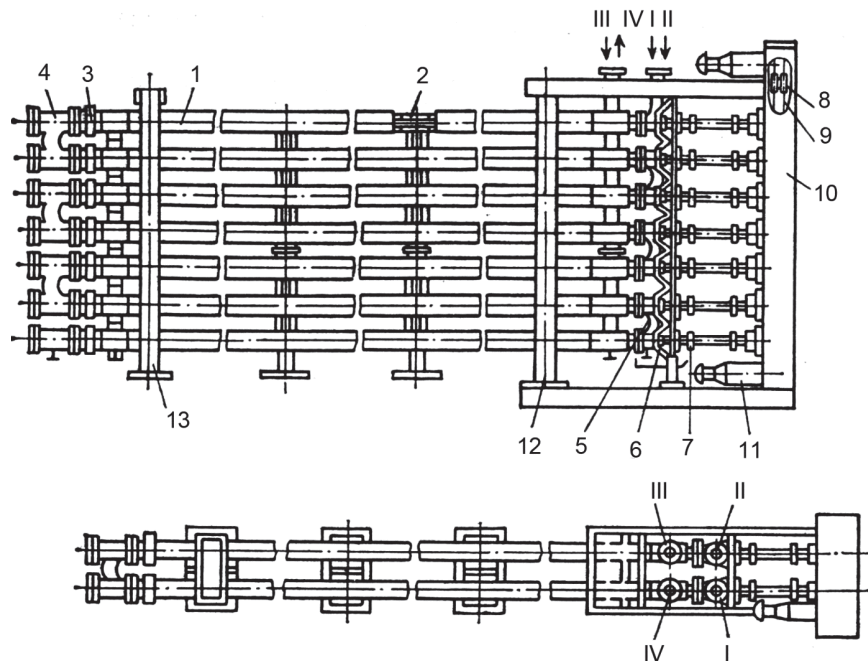


Рис. 4.27. Схема кристаллизатор скребкового регенеративного типа «труба в трубе»:

1 – трубная горизонтальная секция; 2 – скребковое устройство (СУ); 3 – линзовый компенсатор; 4 – переходник задний; 5 – переходник передний; 6 – уплотнение вала; 7 – промежуточный вал с шарнирными устройствами; 8 – ведущая звездочка; 9 – роликовая цепь; 10 – герметизированный корпус привода; 11 – мотор-редуктор; 12 – вертикальная передняя стойка для крепления секций; 13 – задняя стойка.

Технологические потоки: I – ввод рафината с растворителем;

II – вывод суспензии твердых углеводородов; III – ввод фильтрата; IV – вывод фильтрата

Заявленные результаты показали только возможность снижения потери напора в одном кристаллизаторе. Достаточно полных данных об улучшении технологических показателей нет.

По такому основному параметру, как удельная поверхность теплопередачи в расчете на 1 т массы аппарата, характеризующему конструктивную эффективность теплообменного оборудования, дисковый кристаллизатор проигрывает даже морально устаревшим регенеративным скребковым кристаллизаторам типа «труба в трубе». В сравнении с кристаллизаторами КРС-70-40 и КРСН-100-40 этот показатель ниже в 2,3 и 3,1 раза, соответственно.

При этом удельная мощность привода в расчете на 1 м^2 теплопередающей поверхности у дискового кристаллизатора выше более, чем в 2,5 раз.

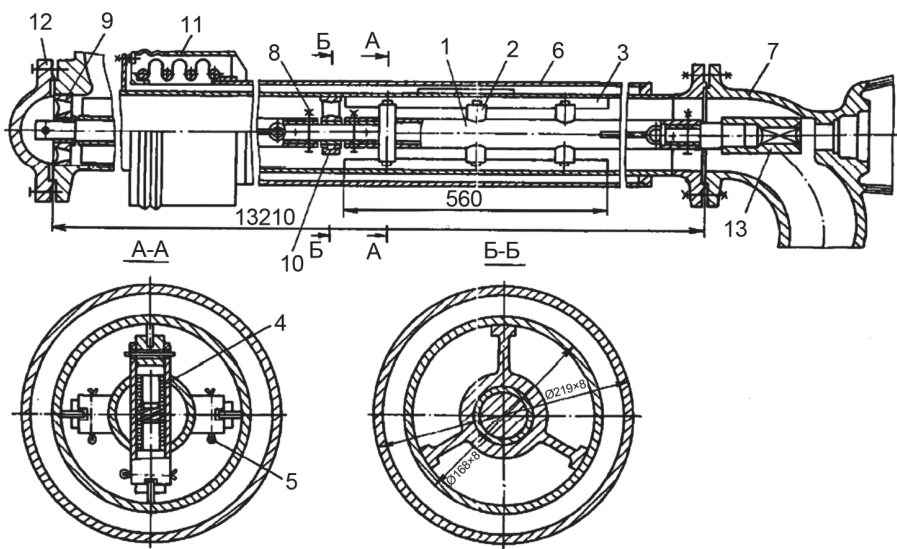


Рис. 4.28. Секция скребкового кристаллизатора со скребковым устройством:

1 – вал скребкового устройства; 2 – пальцы; 3 – прямые пластинчатые скребки; 4 – пружины; 5 – шплинт; 6 – наружная труба; 7 – двойник; 8 – болт; 9 – подшипник скольжения; 10 – крестовина; 11 – компенсатор; 12 – крышка; 13 – муфта

Удельный объем зоны кристаллизации в расчете на 1 т массы аппарата у дискового кристаллизатора в два раза меньше, чем у пульсационного.

Этот параметр косвенно оценивает такой важный показатель, как объемная скорость охлаждения сырьевого потока, в значительной мере определяющий фильтрационные свойства суспензии.

Один пульсационный кристаллизатор функционально заменяет все регенеративные скребковые кристаллизаторы «труба в трубе» (в рассматриваемом случае 6 аппаратов) с исключением существенных эксплуатационных расходов на их ремонт и обслуживание.

Заявлено, что дисковые кристаллизаторы заменяют аналогичное количество регенеративных скребковых кристаллизаторов типа «труба в трубе» [141].

Причем это касается только кристаллизаторов КРС-70-40 с поверхностью теплопередачи 70 м^2 , каждый из которых может быть заменен одним дисковым кристаллизатором с поверхностью теплопередачи $34,7 \text{ м}^2$ за счет более высокого коэффициента теплопередачи [141]. Для кристаллизаторов КСРН-100-40 эквивалентность замены не обеспечивается.

Таблица 4.26

Конструктивные и технологические характеристики регенеративных скребковых кристаллизаторов типа «труба в трубе», дисковых кристаллизаторов и пульсационного кристаллизатора (сопоставление произведено применительно к типовой установке депарафинизации)

Наименование показателей	Показатели при применении указанного ниже оборудования				
		Скребокые кристаллизаторы			Пульсационный кристаллизатор
		Типа «труба в трубе»		Дисковые	
		КРС-70-40	КРСН-100-40		
Количество кристаллизаторов, необходимых для получения суспензии, подаваемой в аммиачные кристаллизаторы:					
– регенеративных	6	6		–	–
– дисковых	–	–		6	–
– пульсационных	–	–		–	1
				34,7	Охлаждение смешением
Масса одного кристаллизатора, т	18	19,1		20,6	18,5
Объем зоны кристаллизации аппарата, м ³	2,3	3,3		16,1	30,6
Мощность привода кристаллизатора, кВт	6	6		7,5	–
Показатели эффективности конструкции аппарата:					Охлаждение смешением
– удельная масса, т на 1 м ² теплопередающей поверхности	0,257	0,191		0,593	
– удельная поверхность теплопередачи, м ² на 1 т массы	3,89	5,23		1,68	
– удельный объем зоны кристаллизации, м ³ на 1 т массы	0,13	0,172		0,78	1,65
– удельная мощность привода, кВт на 1 м ² теплопередающей поверхности	0,085	0,06		0,216	–

Окончание таблицы 4.26

Наименование показателей	Показатели при применении указанного ниже оборудования			
	Скребокые кристаллизаторы			Пульсационный кристаллизатор
	Типа «труба в трубе»		Дисковые	
	КРС-70-40	КРСН-100-40		
Потеря напора в регенеративных кристаллизаторах (шести) с учетом трубопроводов, арматуры и др. и в пульсационном кристаллизаторе, кгс/см ²	10–16	12–18	3,0	0,3
Сопоставление технологических и эксплуатационных показателей в сравнении с кристаллизаторами типа «труба в трубе»				
Возможное сокращение общей кратности растворителя к сырью при соответствующем снижении удельного и общего энергопотребления на установке, %			Нет подтвержденных данных	15–25
Частота горячей промывки кристаллизаторов	Один раз в смену	Один раз в смену	Нет данных	Один раз в 5–6 месяцев
Особенности применения в процессе обезмасливания гача	6 регенеративных и 6 аммиачных кристаллизаторов		Один пульсационный кристаллизатор	
Снижение эксплуатационных затрат на ремонт и обслуживание кристаллизационного оборудования			Нет данных	В ремонте не нуждается
Возможность повышения производительности установки по сырью			Нет подтвержденных данных	До 30 %
Повышение отбора депарафинированного масла, % мас.			Нет подтвержденных данных	На 3–6
Срок окупаемости при замене регенеративных скребковых кристаллизаторов типа «труба в трубе»			Нет подтвержденных данных	1–3 года (в зависимости от особенностей установки)

В отличие от скребковых кристаллизаторов пульсационный кристаллизатор практически не нуждается в прогревах и горячих промывках. На некоторых производствах они не производятся в течение всего межремонтного периода работы установки.

Регенеративные скребковые кристаллизаторы, как правило, прогреваются не реже одного раза в смену. Это приводит как к повышению эксплуатационных затрат, так и нарушению стабильного процесса кристаллизации, что негативно отражается на фильтрационных свойствах получаемой суспензии.

Описание принципа действия пульсационного кристаллизатора приведено в разделе 4.1.2. Простота конструкции аппарата сводит к минимуму эксплуатационные затраты на его ремонт и обслуживание. Кристаллизатор не имеет движущихся частей и уплотнений для их привода. Не нуждается в специальном обслуживании. С момента пуска в эксплуатацию ни один из аппаратов не подвергался ремонту. Плановые технические освидетельствования производятся согласно требований правил промышленной безопасности.

Исключение потерь избирательных растворителей за счет полной герметичности пульсационного кристаллизатора (отсутствия уплотнения валов скребковых механизмов и прочих источников возможных утечек) обеспечивает повышение экологической безопасности производства и сокращение расходов на компенсацию потерь растворителя.

В процессе обезмасливания гачей [134] один пульсационный кристаллизатор функционально заменяет не только регенеративные, но и испарительные скребковые кристаллизаторы (аммиачные или пропановые). Это существенно упрощает аппаратное оформление процесса получения суспензии и полностью исключает затраты на ремонт и обслуживание скребковых кристаллизаторов, как регенеративных, так и испарительных.

Приведенные выше данные показывают, что дисковые скребковые кристаллизаторы не могут рассматриваться как однозначная альтернатива для замены регенеративных скребковых кристаллизаторов типа «труба в трубе». В конструктивном отношении они не имеют преимуществ, технологическая эффективность не подтверждается опубликованной информацией, а заявленные показатели в значительной мере уступают пульсационным кристаллизаторам.

Сопоставление эффективности пульсационного кристаллизатора с кристаллизатором Dilchil произведено в разделе 4.1.6, где показано, что предлагаемые фирмой Exxon Mobil оборудование и технология дают эффект, аналогичный внедрению КСП, при многократно больших затратах на реализацию проекта.

4.2. Процесс разделения парафиновых суспензий

4.2.1. Фильтрация парафиновых суспензий в процессах депарафинизации и обезмасливания

Вторая стадия процессов депарафинизации и обезмасливания – фильтрация полученных парафиновых суспензий осуществляется на всех отечественных и зарубежных установках на барабанных вакуумных фильтрах [2, 94, 110, 111]. Не смотря на множество типоразмеров и модификаций этого оборудования, их устройство, также как и принцип разделения суспензии, заложенный в основу работы аппаратов, не претерпели существенных изменений за последние 30–40 лет.

Барабанные вакуумные фильтры непрерывного действия, применяемые в процессах депарафинизации и обезмасливания, представляют собой сложные устройства, в которых циклически повторяются процессы фильтрации, промывки осадка, его сушки, отдувки и удаления с фильтрующей поверхности.

К основным недостаткам этого оборудования следует отнести низкую надежность в эксплуатации, связанную со сложностью аппаратуры, неэффективную систему промывки осадка растворителем, обусловленную несовершенством конструкции и принципа его подачи на образовавшийся осадок, отсутствие возможности регулирования степени сгущения осадка (отбора фильтрата). Т. е. скорость фильтрации и качество разделения суспензии определяются, в основном, ее фильтрационными свойствами, заложенными на предыдущей стадии процесса – кристаллизации, и практически не могут быть изменены на стадии разделения.

Работы [112–119] посвящены в основном интенсификации процессов депарафинизации и обезмасливания (на стадии фильтрации суспензий) путем выбора оптимальных режимов работы фильтровального оборудования и модернизации отдельных устройств фильтров.

Представляет интерес применение в процессах разделения суспензий пульсационной регенерации фильтрующей поверхности [120–122], однако попытка использования этого способа без каких-либо модификаций при фильтрации парафиновых суспензий не дала положительных результатов.

Достигнуты хорошие результаты при разделении суспензий на «динамических» фильтрах [111]. Принцип работы этого оборудования позволяет воздействовать на осадок в процессе отделения жидкой фазы, т. е. возможно регулирование степени сгущения осадка (отбора фильтрата). Однако эти способы пока не нашли промышленного применения, в том числе и в процессах депарафинизации и обезмасливания.

4.2.2. Принцип работы динамического пульсационного фильтра.

Результаты экспериментальных исследований

Изучение результатов работы барабанных вакуумных фильтров при разделении парафиновых суспензий в процессах депарафинизации и исследование возможности использования в этих целях другого фильтровального оборудования привели к необходимости разработки нового способа фильтрования и аппарата для его осуществления, учитывающих специфику суспензии и технологии процесса в целом.

На фильтрационные свойства суспензии, получаемой на этапе кристаллизации, следовательно, и на эффективность процесса депарафинизации влияют следующие факторы: фракционный состав сырья, содержание в нем парафиновых углеводородов, состав растворителя, его кратность к сырью и способ подачи в процессе охлаждения; температура конечного охлаждения, скорость охлаждения сырьевого раствора и интенсивность перемешивания в процессе кристаллизации.

При разработке нового способа фильтрования парафиновых суспензий и аппарата для его осуществления, которые позволили бы устранить недостатки применения существующего оборудования, учитывалась возможность получения суспензий, как традиционным способом, так и с использованием пульсационного кристаллизатора смешения. При этом принимались неизменными качество сырья, состав применяемого растворителя, температура фильтрования суспензии. Одним из важных факторов, принимаемых во внимание при разработке, было создание аппарата, включаемого в существующие процессы депарафинизации при минимальном изменении технологической схемы в целом (при получении суспензии традиционным способом) или с учетом коррекции этапа получения суспензии, связанной с включением в схему кристаллизатора пульсационного смешения.

В результате был разработан динамический пульсационный фильтр непрерывного действия [123, 124], предназначенный для разделения суспензий (в том числе парафиновых), для которых характерны высокая дисперсность, адгезия и когезия частиц твердой фазы, широкий фракционный состав по размерам частиц, образование структурированных осадков при отделении жидкой фазы.

Экспериментальные и теоретические исследования фильтрования парафиновых суспензий на пульсационном фильтре показали высокую эффективность этого оборудования при внедрении его в процессах депарафинизации и обезмасливания [125–127].

Дальнейшие работы в этом направлении привели к совершенствованию конструкции этого аппарата [128]. Описание конструкции и принципа действия такого фильтра приведены ниже.

Суспензия поступает в корпус фильтра 1 (см. рис. 4.29) под давлением и заполняет пространство между корпусом и фильтровальным патроном 2. Сгущаясь по мере отбора жидкой фазы, проникающей через фильтрующую перегородку, осадок перемешивается лопастями мешалки 3 и движется к штуцеру выгрузки. Фильтрат наполняет фильтровальный патрон и поступает в его верхнюю не фильтрующую часть 4, выполняющую функции пульсационной камеры, а затем в трубопровод II, на котором установлен клапан 7, которым поддерживают уровень фильтрата в пульсационной камере.

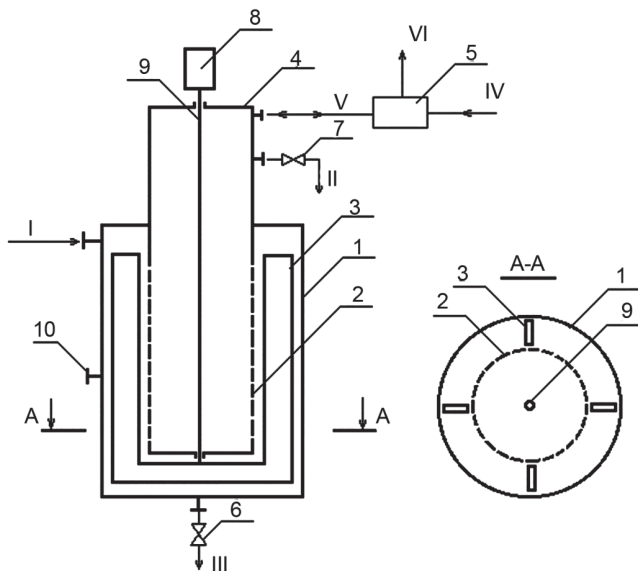


Рис. 4.29. Схема динамического пульсационного фильтра:

- 1 – корпус фильтра; 2 – фильтрующий патрон; 3 – лопасть мешалки; 4 – пульсационная камера; 5 – пульсатор; 6, 7 – клапаны; 8 – провод мешалки; 9 – вал; 10 – штуцер подачи растворителя для промывки осадка; I – суспензия; II – фильтрат; III – осадок; IV – сжатый газ; V – импульсы газа; VI – выхлоп газа

В пульсационную камеру, с заданной частотой из пульсатора 5 подаются пневматические импульсы, обеспечивающие кратковременное обратное движение фильтрата через фильтрующую поверхность – ее регенерацию. Часть энергии импульса расходуется на ускоренное движение фильтрата из пульсационной камеры через клапан 7 в приемник (на схеме не показан). Соотношение

количества фильтрата, поступающего на регенерацию фильтрующей поверхности и в приемник фильтрата (во время импульса) задается клапаном 7.

Перемешивание осадка (сгущаемой суспензии) обеспечивает его транспортабельность (в случае образования структурированного осадка) и уравнивает концентрацию твердой фазы в поперечном сечении фильтра – предотвращает проскок исходной суспензии к штуцеру выгрузки осадка. Давление, под которым суспензия подается в фильтр, является движущей силой процесса разделения (давление в пульсационной камере в период между импульсами – атмосферное) и обеспечивает движение сгущаемой суспензии в фильтре.

Вращение мешалки (при наличии зазора между лопастями и фильтрующей поверхностью) обеспечивает дополнительную механическую регенерацию этой поверхности. Степень сгущения осадка регулируется клапаном 6, установленным на штуцере выхода осадка.

Корпус 1 оснащен штуцерами подачи промывной жидкости 10, которая поступает в движущийся осадок. При этом происходит совмещенный процесс репульпационной промывки и промывки вытеснением маточного раствора из осадка, т. е. часть промывной жидкости, попадая в осадок, перемешивается лопастями с осадком, разбавляя жидкую фазу суспензии (снижая концентрацию вымываемого вещества в жидкой фазе, остающейся в осадке). Вытеснение части жидкой фазы суспензии до ее смешения с промывной жидкостью наряду с последующим фильтрованием разбавленной (промывной жидкостью) жидкой фазы суспензии повышает эффективность процесса отделения твердой фазы от вымываемого вещества. Параметры процесса фильтрования зависят от свойств суспензии и требований к четкости разделения. Место установки штуцеров 10 на корпусе фильтра зависит от фильтрационных свойств суспензии, геометрических параметров фильтра, требуемой производительности по разделяемой суспензии.

По принципу действия аппарат является динамическим пульсационным фильтром-сгустителем с высокой степенью выделения жидкой фазы (концентрирования твердой фазы в осадке), оснащенным системой подачи промывной жидкости. Регенерация фильтрационной поверхности, механическое воздействие на осадок и возможность использования перспективных фильтрующих материалов обеспечивают длительную непрерывную высокоэффективную работу фильтра без горячей промывки.

Механическое воздействие на сгущаемую парафиновую суспензию, образующую при отделении жидкой фазы структурированный осадок, обеспечивает ее транспортабельность в фильтре и выгрузку этого осадка из аппарата при концентрации в нем твердой фазы, достигающей 50–60 %.

Давление фильтрования зависит от фильтрационных характеристик суспензии и, как правило, не превышает 50–60 кПа.

Для функционирования системы регенерации фильтра необходим инертный газ с давлением до 80–100 кПа.

Таким образом, разработанный фильтр принципиально отличается от барабанных вакуумных фильтров, используемых в настоящее время в процессах депарафинизации и обезмасливания, конструкцией, способом создания движущей силы процесса разделения суспензии (перепада давления на фильтрующей поверхности) и регенерации фильтрующей поверхности, механическим воздействием на сгущаемую суспензию в процессе отделения жидкой фазы, организацией промывки осадка.

Для исследования возможностей применения усовершенствованного динамического пульсационного фильтра для разделения парафиновых суспензий была создана лабораторная, а затем пилотная установка [129], схема которой показана на рис. 4.30.

Приготовленную суспензию заливают в оснащенную мешалкой термостатируемую емкость 1. Из емкости 1 суспензия 1 под давлением, создаваемым системой сжатого инертного газа, подается в корпус фильтра 2. Регенерация фильтрующей поверхности происходит за счет возвратного движения части фильтрата, которое обеспечивается пульсатором 4.

Получаемый фильтрат поступает в приемник 5, осадок – в емкость 6.

После выхода на непрерывный режим фильтрования и достижения (при заданных параметрах процесса – давлении фильтрования и пульсации, ее частоты и продолжительности) стабилизации расхода суспензии, регистрировалась масса фильтрата и осадка, поступающих в приемники за определенный период времени.

После этого рассчитывалась скорость фильтрования, по результатам анализа суспензии и продуктов разделения определялся выход депарафинированного масла (или фильтрата обезмасливания). Аналитически определялась температура застывания фильтрата и содержание масла в гаче (парафине). Достижимые концентрации твердой фазы в осадке рассчитывались исходя из количества парафинов в данном виде сырья и их растворимости при принятой кратности разбавления растворителем и температуре фильтрования.

Пилотная установка (рис. 4.30) и ее лабораторный аналог могут также работать в периодическом режиме фильтрования суспензий, что позволяет выявить возможности фильтра в таком режиме работы и определять константы, необходимые для расчета фильтров при моделировании промышленных образцов этого оборудования [125–127].

Целью исследований, результаты которых приведены ниже, было детальное изучение процесса фильтрования парафиновых суспензий на пульсационном

фильтре – выявление зависимостей скорости и качества разделения суспензии от степени ее сгущения [129].

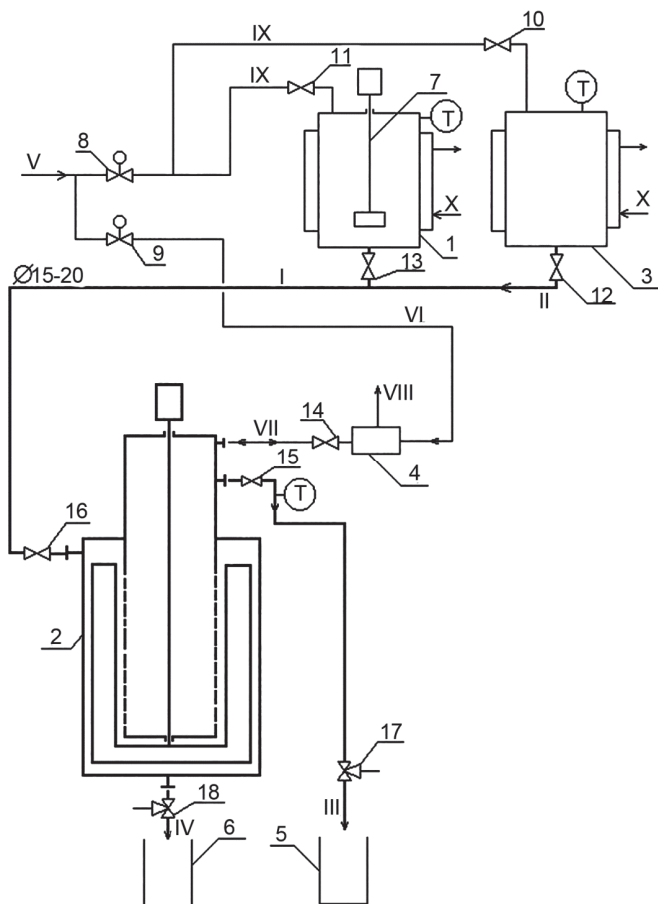


Рис. 4.30. Принципиальная схема пилотной установки

для испытаний динамического пульсационного фильтра:

1 – емкость для суспензии; *2* – фильтр; *3* – емкость для промывочного растворителя;

4 – пульсатор; *5, 6* – приемники фильтра и осадка; *7* – мешалка;

8–18 – клапаны, вентили, краны; *I* – суспензия; *II* – промывочный растворитель;

III – фильтрат; *IV* – осадок; *V* – сжатый инверторный газ; *VI* – газ на питание пульсатора;

VII – импульсы инверторного газа; *VIII* – выход газа из пульсатора;

IX – газ для создания давления в емкостях; *X* – хладагент

В качестве примера приводятся результаты разделения суспензии гача первой ступени депарафинизации рафината фр. 330–420 °С, перерабатываемого

на секции депарафинизации производства КМ-2 ПАО «Славнефть-Ярослав-нефтеоргсинтез». Фильтрование производилось в периодическом режиме при сгущении суспензии без выгрузки осадка при периодическом отборе его проб. Поверхность фильтрования – 0,02 м².

Свойства рафината, из которого был получен гач, и разделяемой суспензии гача первой ступени депарафинизации приведены в табл. 4.27, 4.28.

Таблица 4.27

Основные физико-химические свойства рафината фр. 330–420 °С

Наименование показателей	Величина показателей
Кинематическая вязкость, мм ² /с при 100 °С	5,2
Показатель преломления при 50 °С	1,4630
Содержание серы, % мас.	0,1
Цвет, ед. ЦНТ	5

Таблица 4.28

Свойства суспензии гача первой ступени депарафинизации

Наименование показателей	Величина показателей
Содержание нефтепродукта в суспензии, % мас.	11,8
Объемная кратность растворителя к гачу в суспензии, об. доли на нефтепродукт	7,5 : 1
Состав растворителя, применяемого при получении суспензии, % мас.:	
– метилэтилкетон (МЭК)	65
– толуол	35
Содержание масла в гаче разделяемой суспензии, % мас.	9,1
Температура плавления гача в разделяемой суспензии, °С	48

Фильтрование производилось при температуре минус 12 °С. Оптимальные условия разделения суспензии (давление в фильтре, продолжительность и давление импульсов, частота пульсации) в периодическом режиме работы фильтра были подобраны экспериментально.

Полученные результаты после обработки приведены на рис. 4.31, 4.32, 4.33. Средние скорости фильтрования (рис. 4.31) определялись как отношение удельного объема фильтрата (объема фильтрата, поступившего в приемник, в расчете на единицу поверхности фильтрования) к промежутку времени от начала фильтрования до момента отбора очередной пробы фильтрата.

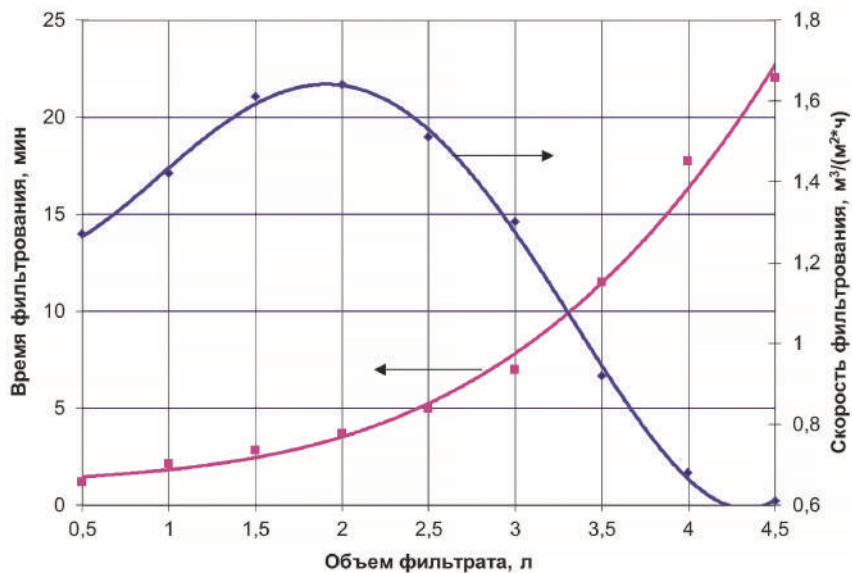


Рис. 4.31. Зависимость времени и объемной скорости фильтрования (по фильтрату) от объема фильтрата

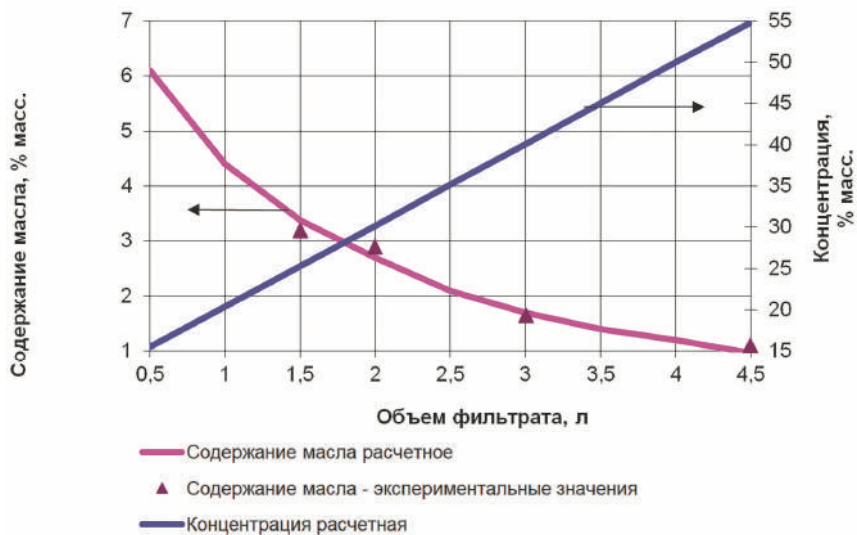


Рис. 4.32. Зависимость содержания масла в гаче и концентрации твердой фазы в осадке от объема фильтрата

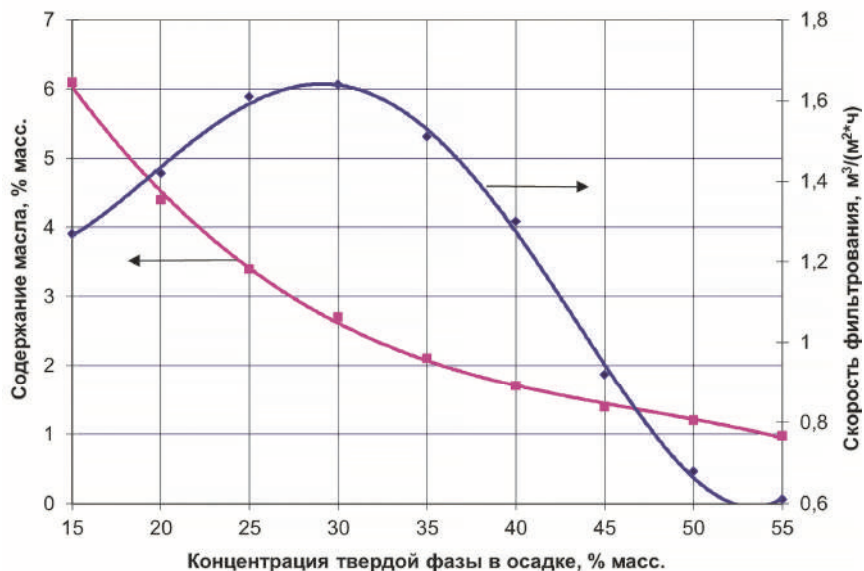


Рис. 4.33. Зависимость содержания масла в осадке и объемной скорости фильтрования (по фильтрату) от степени сгущения суспензии

Расчетные значения концентрации твердой фазы в сгущаемой суспензии и расчетное содержание масла в осадке определялись следующим образом.

Объем твердой фазы V_T в полости корпуса фильтра V_o (в пространстве между фильтровальным патроном и стенками корпуса) к моменту отбора количества фильтрата V_ϕ равен:

$$V_T = V_o X_{T.H.} + V_\phi X_{T.H.}, \quad (4.32)$$

где V_T – объем твердой фазы – кристаллов парафина в сгущаемой суспензии, м³;
 V_o – объем пространства между фильтровальным патроном и стенками корпуса фильтра, м³;
 V_ϕ – объем отобранного фильтрата, м³;
 $X_{T.H.}$ – объемная концентрация кристаллов парафина в исходной суспензии – начальная концентрация твердой фазы в сгущаемой суспензии, м³/м³.

С учетом уравнения (4.32) объемная концентрация твердой фазы в сгущаемой суспензии к моменту отбора объема фильтрата V_ϕ составляет:

$$X_T = \frac{V_T}{V_o} = X_{T.H.} \left(1 + \frac{V_\phi}{V_o} \right). \quad (4.33)$$

Объем жидкой фазы (раствора масла в растворителе) в объеме V_o равен:

$$V_{ж.ф.} = V_o (1 - X_T). \quad (4.34)$$

С учетом (4.33) получим

$$V_{ж.ф.} = V_o \left[1 - X_{T.H.} \left(1 + \frac{V_\phi}{V_o} \right) \right]. \quad (4.35)$$

Объемная концентрация масляных компонентов в жидкой фазе суспензии (в фильтрате) определяется по формуле:

$$X_{м.ф.} = \frac{V_c - V_{T.C.}}{(1 + K_p) V_c}, \quad (4.36)$$

где V_c – объем сырья, использованный для приготовления суспензии, м^3 ;
 $V_{T.C.}$ – объем твердой фазы сырья – парафинов, переходящих в кристаллическую фазу при условиях разделения суспензии, м^3 ;
 K_p – объемная кратность растворителя, используемого при приготовлении суспензии, в расчете на сырье.

Разделив числитель и знаменатель правой части уравнения (4.36) на V_c , получим:

$$X_{м.ф.} = \frac{1 - X_{T.C.}}{1 + K_p}, \quad (4.37)$$

где $X_{T.C.} = \frac{V_T}{V_c}$ – объемная концентрация твердой фазы парафина, перешедшего в кристаллическую фазу, в расчете на сырье.

Объем масляных компонентов в жидкой фазе в корпусе фильтра (пространстве между стенками корпуса и фильтровальным патроном):

$$V_{м.ж.ф.} = V_{ж.ф.} X_{м.ф.}. \quad (4.38)$$

С учетом (4.35) и (4.37) уравнение (4.38) запишем в виде:

$$V_{м.ж.ф.} = V_o \left[1 - X_{T.H.} \left(1 + \frac{V_\phi}{V_o} \right) \right] \frac{1 - X_{T.C.}}{1 + K_p}. \quad (4.39)$$

Тогда концентрация масла в осадке (в сгущаемой суспензии) после удаления из него растворителя) определится из уравнения:

$$X_{м.ос} = \frac{V_{м.ж.ф.}}{V_T + V_{м.ж.ф.}}. \quad (4.40)$$

С учетом (4.32) и (4.39) уравнение (4.40) запишется в виде:

$$X_{м.ос} = \frac{1}{X_{Т.Н.} \left(V_o + V_{\phi} \right) \left/ \left\{ V_o \left[1 - X_{Т.Н.} \left(1 + \frac{V_{\phi}}{V_o} \right) \right] \frac{X_{м.с}}{1 + K_p} \right\} + 1 \right.}, \quad (4.41)$$

где $X_{м.с.} = 1 - X_{Т.С.}$ – содержание масляных компонентов в сырье.

Хорошая сходимость расчетных значений содержания масла в осадке с экспериментальными данными указывает на возможность применения предлагаемой методики для оценки качества разделения суспензии при обработке экспериментальных данных, полученных в периодическом режиме фильтрования, по количеству отобранного фильтрата.

Анализ полученных зависимостей (рис. 4.31 – 4.33) позволяет сделать следующие выводы. Процесс, происходящий в пульсационном фильтре, работающем в режиме периодического разделения парафиновой суспензии можно условно разделить на три этапа.

Этап А. Сгущение исходной суспензии от начальной концентрации твердой фазы 2–8 % до 17–20 %. На этом этапе происходит начальное сгущение суспензии при высоких скоростях фильтрования, соответствующих фильтрованию исходной суспензии.

Регенерация поверхности фильтрования на этом этапе происходит в основном за счет пульсации. Механическое воздействие в данной зоне обеспечивает перемешивание сгущаемой массы между стенкой аппарата и фильтрующей поверхностью и перемешивание в кольцевом сечении между фильтровальным патроном и корпусом, т. е. осреднение концентрации твердой фазы в поперечном сечении фильтра.

Этап В. Сгущение суспензии от 17–20 % концентрации твердой фазы до 30–35 % при повышении скорости фильтрования на 14–17 %. Суспензия приобретает ярко выраженные неньютоновские свойства. Регенерация фильтрующей поверхности происходит за счет пульсации при растущем влиянии механического воздействия лопастями мешалки, что и объясняет повышение скорости фильтрования. Движение лопасти мешалки вдоль поверхности фильтрования при высокой вязкости сгущаемой массы приводит к возникновению напряжений сдвига в зазоре между лопастями и фильтрующей поверхностью, снимающих граничный слой осадка с последующим его перемешиванием с основной массой суспензии. Концентрации твердой фазы в поперечном сечении выравниваются под воздействием мешалки более эффективно.

Этап С. Сгущение суспензии от 30–35 % концентрации твердой фазы до 40–45 %.

Скорость фильтрования на этом этапе снижается. Воздействие лопастей на осадок аналогично этапу В. Кроме этого высокие вязкости и ярко выраженные псевдопластичные неньютоновские свойства суспензии при таких концентрациях твердой фазы приводят к тому, что напряжения сдвига в самой массе потока, создаваемые лопастями, разрушают пространственные кристаллические структуры с выделением из них включенного маточного раствора. Это способствует сохранению скорости фильтрования на довольно высоком уровне, несмотря на очень низкое содержание жидкой фазы в сгущаемом осадке и значительное повышение его вязкости.

На этапе А, где вязкость сгущаемого потока относительно невелика, интенсификация процесса фильтрования перемешиванием сводится в основном к удалению слоя осадка из области, граничащей с фильтрующей перегородкой. На этапах В и С лопасть мешалки транспортирует высоковязкую массу сгущаемого потока к поверхности фильтрования, сокращая расстояние, преодолеваемое жидкой фазой до фильтрующей перегородки.

Максимум средней скорости фильтрования – $1,64 \text{ м}^3/(\text{м}^3 \cdot \text{ч})$ – был достигнут при отборе 2 литров фильтрата в течение 3 минут 40 секунд. Концентрация твердой фазы в осадке, отобранном в этот момент, составляла 30,2 % мас. Содержание масла в осадке, определенное аналитически после отгонки растворителя – 2,95 % мас. при температуре плавления – 53 °С.

После отбора трех литров фильтрата в течение 7 минут средняя скорость фильтрования снизилась до уровня начальной стадии разделения – $1,30 \text{ м}^3/(\text{м}^3 \cdot \text{ч})$. Концентрация твердой фазы в осадке, отобранном в этот момент, составляла 40,1 % мас. Содержание масла в осадке, определенное аналитически после отгонки растворителя – 1,65 % мас. при температуре плавления – 54 °С.

Из суспензии гача, содержащего 9,1 % мас. масла, при объемной кратности его разбавления растворителем 7,5 : 1 в одну ступень разделения (без подачи в фильтр растворителя на промывку сгущаемой суспензии) последовательно были получены осадки с содержанием масла, соответствующем парафинам марки Т-3 и Т-1 при указанных выше средних скоростях фильтрования.

В табл. 4.29 приведены показатели фильтрования суспензии, характеристики которой приведены в табл. 4.28, на пилотном пульсационном фильтре, при работе в периодическом режиме разделения. Для сравнения приведены результаты, полученные на лабораторном вакуумном фильтре поверхностью $0,0095 \text{ м}^2$.

При десятикратном превосходящем удельном количестве отфильтрованной суспензии (в расчете на единицу поверхности фильтрования) средняя скорость фильтрования по жидкой фазе на пилотном пульсационном фильтре выше в 2,5 раза. При этом при отсутствии промывки было достигнуто более низкое содержание масла в осадке.

Показатели фильтрования суспензии на пилотном пульсационном фильтре в периодическом режиме и на лабораторном вакуумном фильтре

Показатели процесса	Величина показателей при разделении суспензии	
	на лабораторном вакуумном фильтре	на пилотном пульсационном фильтре в режиме периодической работы
Количество отфильтрованной суспензии к моменту отбора пробы, мл	100	2000
Удельное количество отфильтрованной суспензии к моменту отбора пробы, м ³ суспензии на м ² фильтрующей поверхности	0,0105	0,1
Количество растворителя на промывку осадка, мл	100	—
Время, с: – фильтрования суспензии; – фильтрования суспензии и промывки осадка	86	220
Скорость, м ³ /(м ² ·ч): – фильтрования суспензии по фильтрату; – фильтрования суспензии и промывки осадка по жидкой фазе	0,66	1,64
Содержание масла в осадке (после отгона растворителя), % мас.	3,3	2,9

Детальное изучение работы фильтра в периодическом режиме работы позволило выявить новые закономерности в процессе разделения парафиновых суспензий на динамических пульсационных фильтрах на разных этапах их сгущения. Это позволило рационально подойти к поиску оптимальных решений при исследовании непрерывного режима работы фильтра.

Следующим этапом исследований в области разработки и внедрения нового фильтровального оборудования для процессов депарафинизации и обезмасливания с применением селективных растворителей было исследование работы динамического пульсационного фильтра в непрерывном режиме.

**4.2.3. Математическое описание процесса разделения суспензий
на динамическом пульсационном фильтре.
Методика расчета процесса фильтрования**

Для расчета процесса двухступенчатой депарафинизации (обезмасливания) с подачей растворителя на промывку осадков рассмотрим более детально процесс фильтрования парафиновой суспензии, образующей структурируемые осадки. Разделяемая суспензия получается в процессе охлаждения смеси парафинсодержащего сырья и растворителя, сопровождающегося образованием кристаллов парафина и некристаллизующейся части сырья – масла, растворенного в растворителе (маточного раствора). В этом случае суспензию (двухфазную систему, состоящую из кристаллов парафина и раствора масла) можно представить в виде трех условных компонентов: кристаллов парафина (твердая фаза), масла (вымываемое вещество) и растворитель (промывная жидкость). А исходная разделяемая система – это смесь кристаллов парафина и масла.

Разработано математическое описание процесса фильтрования суспензий на динамическом пульсационном фильтре [125], на основании которого предложена методика расчета фильтров и технологических параметров процесса.

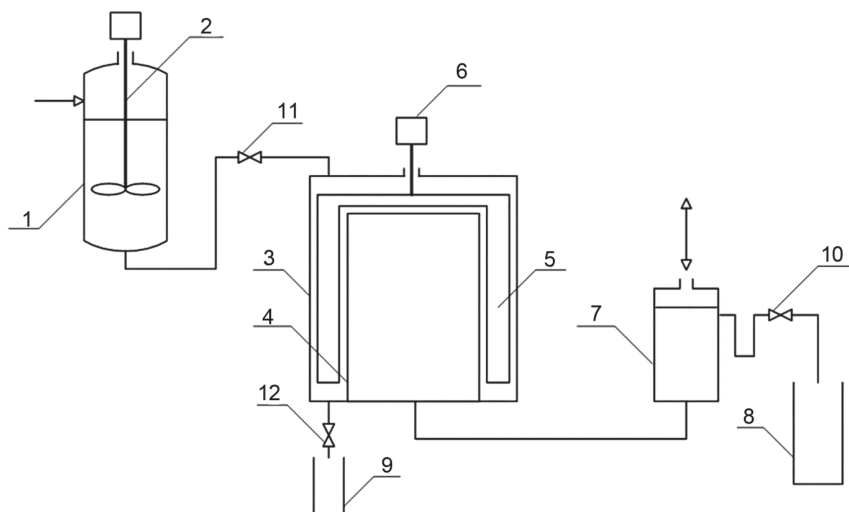


Рис. 4.34. Схема лабораторной установки для определения фильтрационных характеристик суспензий на динамическом пульсационном фильтре:

- 1 – емкость для суспензии; 2 – мешалка; 3 – фильтр; 4 – фильтровальный патрон;
5 – лопасти мешалки фильтра; 6 – привод мешалки фильтра; 7 – пульсационная камера;
8 – приемник фильтрата; 9 – приемник осадка; 10 – вентиль; 11, 12 – краны

На специальной лабораторной установке, схема которой показана на рис. 4.34, оснащенной моделью пульсационного фильтра, определяются фильтрационные характеристики суспензии при соответствующей температуре, кратности разбавления сырья растворителем, режиме фильтрования (давлении в корпусе фильтра, давлении и частоте пульсации).

Суспензия из термоизолированной питательной емкости 1, оснащенной мешалкой 2, под давлением подается в корпус лабораторной модели пульсационного фильтра 3. В зазоре между фильтровальным патроном 4 и корпусом вращаются лопасти мешалки 5, приводимой в движение приводом 6. Полость патрона сообщается с пульсационной камерой 7, в которой с заданной частотой пульсатор (на схеме не показан) создает пневматические импульсы. Средний уровень жидкости в пульсационной камере регулируется краном 10. Фильтрат поступает в приемник фильтрата 8. Фильтрация велась в периодическом режиме (без выгрузки осадка) – определялась зависимость объема фильтрата в приемнике от времени при данном режиме разделения.

Затем рассчитывались коэффициент и показатель степени в уравнении (4.42), описывающем зависимость удельного объема фильтрата от продолжительности фильтрования [125]:

$$V_{\phi} = at^b, \quad (4.42)$$

где V_{ϕ} – удельный объем фильтрата (в расчете на единицу поверхности фильтрования), $\text{м}^3/\text{м}^2$;

t – продолжительность фильтрования, с.

Рассчитанные величины a и b использовались при определении поверхности фильтрования, требуемой для разделения суспензии при работе фильтра в непрерывном режиме (с постоянной выгрузкой осадка) при заданных производительности фильтра по суспензии G_n (кг/с) и концентрации твердой фазы в осадке, характеризующей его сгущение $X_{m,k}$ [125]:

$$F = \frac{(a/H_o)^n}{(\rho_{\phi}ab)} \int_{G_K}^{G_H} \left\{ \frac{\rho_n G^2}{\left[G(G_n \rho_{\phi} - G \rho_n) + G_n^2 X_{T.H.} (\rho_T - \rho_{\phi}) \right]} \right\}^n dG, \quad (4.43)$$

где ρ_{ϕ} – плотность фильтрата, $\text{кг}/\text{м}^3$;

ρ_T – плотность частиц твердой фазы, $\text{кг}/\text{м}^3$;

$X_{T.H.}$ – массовая концентрация твердой фазы в суспензии, поступающей на разделение;

ρ_n – плотность суспензии, поступающей на разделение, $\text{кг}/\text{м}^3$;

H_o – константа, зависящая от геометрических параметров лабораторной модели фильтра, м;

G_K – расход сгущаемой суспензии (осадка), выходящей из фильтра, кг/с;

$$n \frac{(b-1)}{b}.$$

Плотность исходной суспензии рассчитывается по формуле:

$$\rho_n = X_{T.H.} \rho_T + (1 - X_{T.H.}) \rho_{\phi}. \quad (4.44)$$

Константа H_o равна

$$H_o = \frac{V_o}{F_o}, \quad (4.45)$$

где V_o – объем сгущаемого осадка в лабораторной модели фильтра (объем корпуса фильтра за вычетом объема, занимаемого фильтровальным патроном), м³;

F_o – площадь фильтрующей поверхности лабораторной модели фильтра, м².

Расход осадка, выходящего из фильтра G_K находится из уравнения материального баланса по твердой фазе:

$$G_K = G_n \frac{X_{T.H.}}{X_{T.K.}}, \quad (4.46)$$

где $X_{T.K.}$ – задаваемая массовая концентрация твердой фазы в осадке.

Уравнение (4.43) используется для расчета требуемой поверхности фильтрации суспензии на данной ступени процесса депарафинизации при отсутствии подачи растворителя на промывку.

Схема включения фильтров в двухступенчатый процесс депарафинизации и обозначения материальных потоков [127] показана на рис. 4.35.

Из уравнения материального баланса процесса рассчитываются величины, входящие в уравнение (4.47):

$$F_i = \frac{(a_i/H_o)^{n_i}}{(\rho_{\phi,i} a_i b_i)} \cdot \int_{G_i}^{G_{i-1} + G_{p,i-1}} \left\{ \frac{\rho_i G^2}{\left[G(G_{i-1} \rho_{\phi,i} + G_{p,i-1} \rho_{\phi,i} - G \rho_i) + (G_{i-1} + G_{p,i-1})^2 X'_{T,i} (\rho_T - \rho_{\phi,i}) \right]} \right\}^{n_i} dG, \quad (4.47)$$

где F_i – требуемая поверхность фильтрации i -й ступени, м² ($i = 1, 2$);

a_i, b_i – величины, определяемые при аппроксимации зависимости (4.42)

для суспензии i -й ступени ($i = 1, 2$);

$\rho_{\phi,i}$ – плотность фильтрата i -й ступени, кг/м^3 ($i = 1, 2$);

ρ_T – плотность частиц твердой фазы, кг/м^3 ;

ρ_i – плотность суспензии, поступающей на i -ю ступень разделения, кг/м^3 ($i = 1, 2$);

$X'_{T,i}$ – концентрация твердой фазы в суспензии, поступающей на i -ю ступень разделения ($i = 1, 2$).

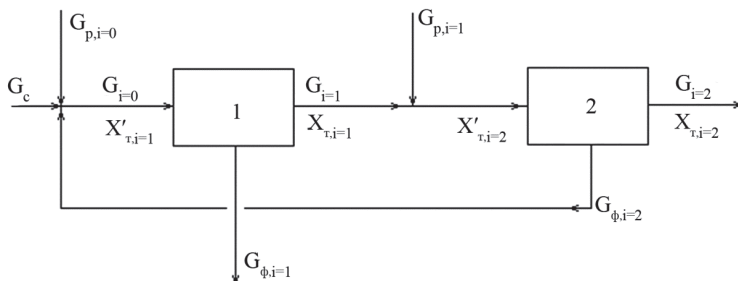


Рис. 4.35. Схема включения динамических пульсационных фильтров в процесс двухступенчатого фильтрования без подачи растворителя на промывку осадков (пояснения в тексте)

Плотность суспензии, поступающей на i -ю ступень разделения равна:

$$\rho_i = X'_{T,i} + (1 - X'_{T,i}) \rho_{\phi,i}. \quad (4.48)$$

Показатель степени n_i для i -й ступени равен [125]:

$$n_i = \frac{(b_i - 1)}{b_i}. \quad (4.49)$$

Задавшись расходом промывной жидкости на предварительное разбавление разделяемой смеси $G_{p,i=0}$, репульпацию осадка 1-й ступени $G_{p,i=1}$ и концентрациями твердой фазы в осадках $X_{T,i}$ ($i = 1, 2$), рассчитывают расход суспензии (кг/с), поступающей на 1-ю ступень фильтрования:

$$G_{i=0} = G_{p,i=1} + G_c + G_{p,i=0} + G_T \left(\frac{1}{X_{T,i=1}} - \frac{1}{X_{T,i=2}} \right), \quad (4.50)$$

где G_c – расход разделяемой смеси, кг/с ;

G_T – расход твердой фазы в разделяемой смеси, кг/с ;

$X_{T,i}$ – концентрация твердой фазы в осадке i -й ступени.

Концентрация твердой фазы в суспензии, поступающей на 1-ю ступень фильтрации, равна:

$$X'_{T,i=1} = \frac{G_T}{G_{i=0}}, \quad X_{T,i=0} = X'_{T,i=1}. \quad (4.51)$$

Количество осадка на i -й ступени (кг/с), рассчитывается по принятым концентрациям твердой фазы в них:

$$G_i = \frac{X_{T,i-1}}{X_{T,i} G_{i-1}}. \quad (4.52)$$

Концентрация твердой фазы в суспензии, поступающей на 2-ю ступень фильтрации равна:

$$X'_{T,i=2} = \frac{G_{i=1} X_{T,i=1}}{(G_{i=1} + G_{p,i=1})}. \quad (4.53)$$

Количество фильтрата 1-й ступени фильтрации (кг/с):

$$G_{\phi,i=1} = G_{i=0} - G_{i=1}, \quad (4.54)$$

2-й ступени фильтрации (кг/с):

$$G_{\phi,i=2} = G_{i=1} + G_{p,i=1} - G_{i=2}. \quad (4.55)$$

Концентрация вымываемого вещества в фильтрате 1-й ступени:

$$x_{\phi,i=1} = \frac{(G_c - G_T)(1 - X_{T,i=1} + G_{p,i=1}/G_{i=1})}{\left[(G_c - G_T + G_{p,i=0} + G_{\phi,i=2}) \times (1 - X_{T,i=1} + G_{p,i=1}/G_{i=1}) - G_{\phi,i=2}(1 - X_{T,i=1}) \right]}, \quad (4.56)$$

а в фильтрате 2-й ступени:

$$x_{\phi,i=2} = \frac{(1 - X_{T,i=1})x_{\phi,i=1}}{(1 - X_{T,i=1} + G_{p,i=1}/G_{i=1})}. \quad (4.57)$$

Концентрация вымываемого вещества в осадке 2-й ступени (без учета в осадке промывной жидкости) равна:

$$x_{i=2} = \frac{(1 - X_{T,i=2})x_{\phi,i=2}}{\left[1 - (1 - X_{T,i=2})(1 - x_{\phi,i=2}) \right]}. \quad (4.58)$$

Приведенный выше анализ процесса, происходящего в пульсационном фильтре, работающем в режиме периодического разделения парафиновой суспензии, обобщенный в работе [129], показал, что этот процесс можно условно разделить на три этапа, особенности которых определяются степенью сгущения осадка.

При работе фильтра в непрерывном режиме постоянная подача разделяемой суспензии, непрерывный отбор осадка и фильтрата сопровождается движением сгущаемой суспензии вдоль фильтрующей поверхности от точки ввода в корпус фильтра до места выхода [130]. Суспензия, сгущаясь по мере продвижения вдоль фильтрующей поверхности за счет постоянного отбора фильтрата, претерпевает те же изменения, что имеют место при ее сгущении в периодическом режиме – без отбора осадка.

При определенных соотношениях размеров фильтровального патрона и корпуса, конфигурации мешалки и скорости ее вращения режим движения сгущаемого потока в зазоре между корпусом и патроном приближается к режиму идеального вытеснения. Тогда процесс сгущения суспензии, разделенный на три этапа в фильтре периодического действия можно представить происходящим в трех зонах, соответствующих поверхностям фильтрования, расположенных вдоль фильтрующей поверхности патрона (табл. 4.30).

Следует отметить, что при фильтровании парафиновых суспензий без механического воздействия на осадок образующиеся пространственные структуры кристаллов не разрушаются и достичь концентрации твердой фазы в осадках свыше 20–25 %, как правило, не удастся. Включенный в кристаллические агрегаты маточный раствор (раствор масла в растворителе) не поддается эффективному выделению промывкой значительными количествами дополнительно вводимой промывной жидкости (свежего растворителя).

При применении пульсационного фильтра разрушение кристаллических структур сгущаемой суспензии сопровождается их уплотнением под действием давления, транспортирующего сгущаемый поток вдоль фильтрующей поверхности (аналогично действию поршня на осадок), с одновременным выдавливанием маточного раствора из межкристаллического пространства. Кроме этого постоянное перемешивание мешалкой препятствует структурированию осадка, возникающего при удалении жидкой фазы.

В зоне **A**, где вязкость сгущаемого потока относительно невелика, интенсификация процесса фильтрования перемешиванием сводится в основном к удалению слоя осадка из области, граничащей с фильтрующей перегородкой. В зонах **B** и **C** лопасть мешалки транспортирует высоковязкую массу сгущаемого потока к поверхности фильтрования, сокращая расстояние, преодолеваемое жидкой фазой до фильтрующей перегородки.

Теперь рассмотрим процесс двухступенчатого фильтрования парафиновой суспензии на пульсационных фильтрах непрерывного действия с подачей промывной жидкости (свежего растворителя) в корпуса фильтров – в сгущаемый поток суспензии (см. рис. 4.36).

Разделение на три этапа процесса сгущения суспензии в фильтре периодического действия по зонам, соответствующим поверхностям фильтрования, расположенным вдоль фильтрующей поверхности

Условное обозначение зоны	Пределы сгущения суспензии	Особенности фильтрования и регенерации фильтрующей поверхности
Зона А	Сгущение исходной суспензии от начальной концентрации твердой фазы 2–8 % до 17–20 %	На этом этапе происходит начальное сгущение суспензии при высоких скоростях фильтрования, соответствующих фильтрованию исходной суспензии. Регенерация поверхности фильтрования на этом этапе происходит в основном за счет пульсации. Механическое воздействие в данной зоне обеспечивает перемешивание сгущаемой массы между стенкой аппарата и фильтрующей поверхностью и перемешивание в кольцевом сечении между фильтровальным патроном и корпусом, т. е. осреднение концентрации твердой фазы в поперечном сечении фильтра
Зона В	Сгущение суспензии от 17–20 % концентрации твердой фазы до 30–35 % при повышении скорости фильтрования на 14–17 %	Суспензия приобретает ярко выраженные неньютоновские свойства. Регенерация фильтрующей поверхности происходит за счет пульсации при растущем влиянии механического воздействия лопастями мешалки, что и объясняет повышение скорости фильтрования. Движение лопасти мешалки вдоль поверхности фильтрования при высокой вязкости сгущаемой массы приводит к возникновению напряжений сдвига в зазоре между лопастями и фильтрующей поверхностью, снимающих граничный слой осадка с последующим его перемешиванием с основной массой суспензии. Концентрации твердой фазы в поперечном сечении выравниваются под воздействием мешалки более эффективно
Зона С	Сгущение суспензии от 30–35 % концентрации твердой фазы до 40–45 %	Скорость фильтрования на этом этапе снижается. Воздействие лопастей на осадок аналогично этапу В. Кроме этого высокие вязкости и ярко выраженные псевдопластичные неньютоновские свойства суспензии при таких концентрациях твердой фазы приводят к тому, что напряжения сдвига в самой массе потока, создаваемые лопастями, разрушают пространственные кристаллические структуры с выделением из них включенного маточного раствора. Это способствует сохранению скорости фильтрования на довольно высоком уровне, несмотря на очень низкое содержание жидкой фазы в сгущаемом осадке и значительное повышение его вязкости

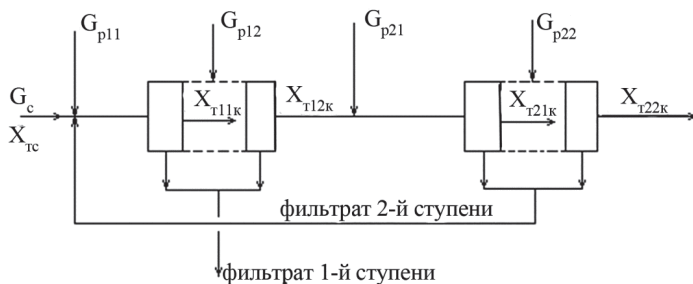


Рис. 4.36. Схема включения динамических пульсационных фильтров в процессе двухступенчатой депарафинизации с подачей растворителя на промывку осадков (обозначения в тексте)

Было разработано соответствующее математическое описание процесса и программа расчета на компьютере, позволяющая определить вариант распределения промывной жидкости между ступенями фильтрования G_{p11} и G_{p21} и на промывку сгущаемых потоков G_{p12} , G_{p22} для достижения заданного качества разделения суспензии, определяемого в данном случае выходом депарафинированного масла, при минимальной требуемой поверхности фильтрования [130]. Исходные данные, требуемые для расчета:

G_c – расход парафинсодержащего нефтепродукта (сырья), кг/ч;

X_{TC} – концентрация твердой фазы (кристаллического парафина) в расчете на сырье, % мас.;

X_{T11K} , X_{T12K} , X_{T21K} , X_{T22K} – задаваемые конечные концентрации твердой фазы в осадках в точках подачи промывной жидкости (растворителя) и на выходе из фильтра соответствующей ступени, % мас.;

G_{p11} , G_{p12} , G_{p21} , G_{p22} – расходы растворителя на промывку и репульпацию осадков, кг/ч.

Суммарный расход промывной жидкости не должен превышать некоторого максимального значения, принимаемого по данным технологических параметров процесса депарафинизации при использовании традиционного оборудования – барабанных вакуумных фильтров.

Разработанная методика и соответствующее программное обеспечение позволяют рассчитывать отдельную ступень фильтрования без подачи промывного растворителя, двухступенчатое разделение суспензии с подачей и без подачи растворителя на промывку осадка. При этом рассчитывается требуемая поверхность фильтрования и оптимальное распределение растворителя на промывку и репульпацию осадков.

В табл. 4.31, в качестве примера, приведены результаты расчета двухступенчатого фильтрования рафината фракции 420–490 °С смеси западносибирских нефтей при различных вариантах распределения растворителя на разбавление сырья, промывку и репульпацию осадка первой ступени. Принятая производительность по сырью $G_c = 17$ т/ч, концентрация твердой фазы (кристаллического парафина), в расчете на сырье $X_{T.C.} = 16$ % мас. Величина $X_{T.C.}$ определена по растворимости парафинов в разделяемой суспензии – растворе данного сырья при соответствующей температуре и кратности его разбавления растворителем, в качестве которого, в данном случае, используется смесь МЭК: толуол в соотношении 60 : 40 % об.

Таблица 4.31

Показатели технологического режима процесса двухступенчатого фильтрования рафината фракции 420–490 °С смеси западносибирских нефтей при применении динамических пульсационных фильтров и расчетные показатели процесса

Показатели	Значение показателей			
	Вариант 1	Вариант 2	Вариант 3	Вариант 4
Расходы растворителя на промывку и репульпацию осадка, т/ч*				
Gp11	29,1	20,0	29,1	35,9
Gp12	6,8	6,8	0	0
Gp21	7,5	7,5	7,5	7,5
Gp22	4,5	4,5	4,5	4,5
Принятые конечные концентрации твердой фазы в осадках перед началом промывки и на выходе из фильтра соответствующей ступени, % мас.*				
Xt11к	20	20	35	40
Xt12к	25	25	37	41
Xt21к	30	30	45	45
Xt22к	45	45	50	50
Расчетные поверхности фильтрования, м ²				
1 ступень	25,1	22,8	33,1	48,3
2 ступень	15,0	15,8	9,0	7,8
Общая поверхность фильтрования, м ²	40,1	38,6	42,1	56,1
Выход депарафинированного масла, % мас.	77,1	76,5	77,5	77,9
Содержание масла в гаче второй ступени, % мас.	7,2	8,5	5,4	4,4
Примечание. * Пояснения в тексте и на рис. 4.34.				

В первом варианте принято распределение растворителя на разбавление сырья, промывку и репульпацию осадка первой ступени, соответствующее традиционному технологическому режиму двухступенчатой депарафинизации при указанной производительности по сырью.

Из табл. 4.31 видно, что при тех же кратностях разбавления и промывки растворителем расчетный выход депарафинированного масла составит 77 % мас. (в расчете на сырье) при требуемой поверхности фильтрования 25,1 и 15,0 м² на 1-й и 2-й ступенях фильтрования, соответственно. Тогда как для таких суспензий выход депарафинированного масла, как правило, находится в пределах 73–75 % мас. при использовании на 1-й и 2-й ступенях фильтрования трех и двух барабанных вакуумных фильтров по 50 м² каждый, т. е. при 150 и 100 м² общей фильтрующей поверхности на 1-й и 2-й ступенях.

Такое повышение выхода депарафинированного масла (до 4 % мас.) объясняется высокой степенью сгущения осадков – увеличением концентрации твердой фазы в них – параметром, определяющим качество разделения суспензии (наряду с долей твердой фазы, проникающей в фильтрат).

Во втором варианте снижение количества растворителя, подаваемого на разбавление сырья на 31 % ($G_{p11} = 20$ т/ч), при аналогичных прочих параметрах, приводит к незначительному снижению выхода депарафинированного масла (по сравнению с 1-м вариантом) – до 76,5 % мас. при требуемой поверхности фильтрования 22,8 и 15,8 м² на 1-й и 2-й ступенях, соответственно.

В третьем варианте не подается растворитель на промывку осадка первой ступени ($G_{p12} = 0$) при увеличении степени сгущения осадков. Незначительное повышение выхода депарафинированного масла (до 77,5 % мас.) сопровождается существенным ростом требуемой поверхности фильтрования на 1-й ступени – до 33,1 м².

В четвертом варианте рассматривается смешение промывного растворителя первой ступени $G_{p12} = 6,8$ т/ч с растворителем, подаваемым на разбавление сырья при приготовлении исходной сырьевой суспензии – $G_{p11} + G_{p12} = 29,1 + 6,8 = 35,9$ т/ч, наряду с повышением степени концентрирования осадков. Это приводит к увеличению требуемой поверхности фильтрования на 1-й ступени до 48,3 м² при незначительном росте выхода депарафинированного масла – до 77,9 % мас.

Таким образом наиболее предпочтительным из рассмотренных является 2-й вариант, позволяющий повысить выход депарафинированного масла на 5 % мас. при общей требуемой поверхности фильтрования 38,6 м² и сокращении общей кратности растворителя к сырью на 19 %.

На рис. 4.37 показаны зависимости расчетного отбора фильтрата (определяемого как отношение отфильтрованной жидкой фазы к ее начальному количеству в суспензии), требуемой поверхности и скорости фильтрования (по жидкой фазе) от степени сгущения суспензии, характеризуемой концентрацией твердой фазы. Приведенные зависимости относятся к 1-й ступени фильтрования варианта 1.

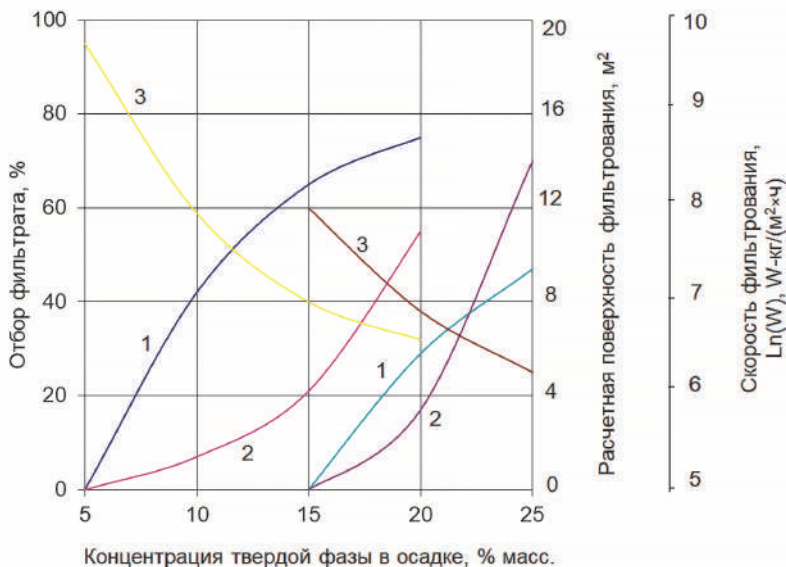


Рис. 4.37. Зависимости отбора фильтрата (1), расчетной поверхности (2) и скорости фильтрования по фильтрату (3) для первой ступени разделения на пульсационных фильтрах при депарафинизации рафината фр. 420–490 °С смеси западносибирских нефтей. До подачи промывного растворителя (концентрации твердой фазы в осадке от 5 до 20 %) и после разбавления осадка в фильтре (концентрации твердой фазы в осадке от 15 до 25 %)

При подаче промывной жидкости в фильтр происходит резкое увеличение скорости фильтрования (рис. 4.37), обусловленное снижением концентрации кристаллов парафина и понижением вязкости жидкой фазы (основное количество масла уже отведено с фильтратом).

Относительное количество отводимого фильтрата после подачи промывной жидкости не превышает 49 % при достижении концентрации твердой фазы в осадке 25 %, до подачи промывной жидкости эти величины составляют 77 % и 20 %, соответственно.

Приведенные графики иллюстрируют динамику изменения фильтрационных характеристик суспензии (при разделении на динамических пульсационных

фильтрах) от степени сгущения, что позволяет оптимизировать распределение промывного растворителя.

Сопоставление скорости фильтрования (по фильтрату) на барабанных вакуумных фильтрах, из расчета на погруженную поверхность барабана, со средней скоростью фильтрования в пульсационных фильтрах с подачей промывной жидкости, показало, что эта величина в фильтрах предлагаемой конструкции в 1,8–2,0 раза выше. При расчете на полную поверхность барабанного вакуумного фильтра скорости фильтрования в пульсационном фильтре выше в 5,4–6,0 раз.

Разработанная методика расчета процесса фильтрования на динамических пульсационных фильтрах и соответствующее программное обеспечение позволяют оперативно находить вариант технологических параметров, обеспечивающий заданный выход депарафинированного масла при минимальных кратностях растворителя к сырью и требуемой поверхности фильтрования.

Таким образом, обобщение результатов проведенных исследований и примеры расчетов подтверждают перспективность внедрения пульсационных фильтров в процессах получения парафинов и масел.

4.2.4. Особенности конструкции динамического пульсационного фильтра.

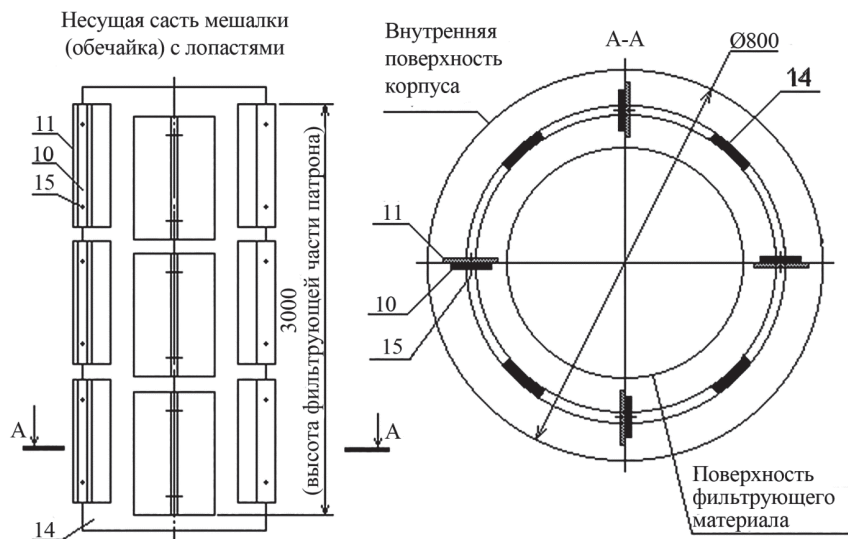
Схема включения фильтра в технологическую схему

Ниже приведено краткое описание конструкции пульсационного фильтра.

В цилиндрическом корпусе 1 (рис. 4.38) соосно установлен фильтровальный патрон 2, закрепленный на крышке корпуса 3. На крышке патрона 4 установлен привод мешалки 5. Вал привода 6, соосно установленный в патроне 2, имеет систему уплотнений в верхней крышке патрона 4 и нижней крышке 9 – поз. 7, 8. К валу 6 крепится мешалка, лопасти которой 10 имеют пластины 11. Возможность перемещения пластин в радиальном направлении с последующей фиксацией обеспечивает настройку зазора между пластинами 11 и поверхностью фильтрующего материала 12. Фильтрующий материал 12 крепится на патроне 2 на его перфорированной части, длина которой составляет ~3000 мм. Под фильтрующим материалом устанавливается металлическая сетка 13 с крупным размером ячеек, играющая роль подложки, для повышения эффективной фильтрующей поверхности.

Несущей частью мешалки является обечайка 14 с вырезанными окнами. В эти окна установлены лопасти 10 с прикрепляемыми к ним посредством болтовых соединений 15 пластинами 11, которые изготавливаются из пластичного легко деформируемого материала во избежание повреждения фильтрующей перегородки и поломки лопастей при трении пластин о корпус.

185



Обозначение	Назначение	Условный проход, мм	Условное давление, Мпа (кгс/м ²)	Количество
А	Вход суспензии	100	1,6 (16)	1
Б	Выход фильтрата	100	1,6 (16)	1
В	Выход осадка	100	1,6 (16)	1
Г	Для подачи импульсов инертного газа	50	1,6 (16)	1
Д	Для установки датчика давления импульсов	50	1,6 (16)	1
Е ₁₋₃	Для подачи промывного растворителя	50	1,6 (16)	3
Ж ₁₋₅	Для отбора проб осадка		1,6 (16)	5
И ₁₋₂	Для уровнемера	50	1,6 (16)	2
К	Для датчика давления в корпусе			1

**Рис. 4.38. Схема опытно-промышленного пульсационного (лист 2).
Обозначения в тексте**

В верхней части несущей обечайки мешалки устанавливаются смещаемые ролики 16, которые при установке необходимого зазора между их поверхностью и кольцом 17, приваренным к корпусу, обеспечивают заданный зазор между пластинами 11 и поверхностью фильтрующей перегородки.

Вал мешалки, имеющий две шарнирные муфты 18, муфтой 19 соединяется с приводом 5. Мешалка в сборе подвешена на валу 6 посредством крепления 20, соединяемого со ступицей 21, приваренной к несущей обечайке 14. Опорой вала с мешалкой является радиально-упорный подшипник, установленный в узле 7.

Верхняя не фильтрующая часть фильтровального патрона 2 является пульсационной камерой 22. В нижней части корпус фильтра 1 закрыт крышкой 23. Фильтр устанавливается вертикально на опорах 24.

Фильтр оснащен соответствующими штуцерами и муфтами (см. таблицу штуцеров на рис. 4.38, лист 2).

Важным этапом была разработка методики расчета мощности привода мешалки фильтра для выбора соответствующего типового мотора-редуктора.

Расчет мощности привода мешалки произведен для предельного случая: все пространство между фильтровальным патроном и корпусом заполнено осадком с концентрацией твердой фазы (кристаллов парафина) – 35 % мас. Такая ситуация может создаться при фильтровании без выгрузки осадка при достижении указанной степени его сгущения. При такой концентрации твердой фазы в осадке его реологические свойства описываются закономерностями течения неньютоновской псевдопластичной жидкости.

Эффективная вязкость осадка определится по формуле [131, с. 236]:

$$\eta_o = k\dot{\gamma}^{m-1}, \quad (4.59)$$

где η_o – эффективная вязкость, Па·с;

k – консистентность, Па·с^m;

m – индекс поведения;

$\dot{\gamma}$ – скорость сдвига, с⁻¹.

По данным ГрозНИИ консистентность и индекс поведения осадков парафиновых суспензий, полученных из сырья различного фракционного состава, при указанной степени сгущения находятся в пределах:

$$k = 40\text{--}55 \text{ Па} \cdot \text{с}^m, \quad m = 0,4\text{--}0,5.$$

Скорость сдвига при перемешивании неньютоновских жидкостей мешалками с конфигурацией, подобной примененной в конструкции данного фильтра, определяется по формуле [131, с.257]:

$$\dot{\gamma} = 3,14 \frac{\lambda_n}{\lambda_o} \left(\frac{d_M}{b_n} - 1 \right) n, \quad (4.60)$$

где d_M – диаметр мешалки, м;

b_n – ширина периферийного элемента мешалки (лопасти), м;

n – скорость вращения мешалки, об/с;

$\lambda_o = 42$ – коэффициент [131, с. 249].

Коэффициент λ_n зависит от отношения $\frac{C}{b_n}$, [131, с. 247], где C – зазор между лопастью и корпусом (см. рис. 4.36). Определенный таким образом $\lambda_n = 42$.

Рассчитанная после определения скорости сдвига эквивалентная вязкость равна: $\eta_o = 21,4 \text{ Па}\cdot\text{с}$.

Критерий Рейнольдса в данном случае рассчитывается по формуле [131]:

$$\text{Re}_\eta \frac{\rho n d_m^2}{\eta_o}, \quad (4.61)$$

где ρ – плотность осадка, кг/м³.

Расчеты показали, что определенный по формуле (4.61) критерий Рейнольдса, как правило, не превышает 15. Т. е. режим перемешивания осадка – ламинарный [131, с. 235], в этом случае мощность, необходимая на перемешивание (при перемешивании высоковязкой неньютоновской среды), определяется по формуле [131, с. 253]:

$$K_N = 4,93 Z_n \lambda_n \frac{h_n}{d_m} (1 - b_n/d_m)^2 \text{Re}_\eta^{-1}, \quad (4.62)$$

где h_n – высота периферийных элементов мешалки (лопастей), м;

Z_n – количество периферийных элементов.

Для упрощения расчетов длина центральной части мешалки отнесена к периферийным элементам. Завышение расчетной мощности в этом случае обеспечивает дополнительный запас мощности привода.

Расчетная мощность на перемешивание осадка определяется по формуле [131]:

$$N = K_N \rho n^3 d_m^5. \quad (4.63)$$

Основные технические характеристики фильтра:

- | | |
|--|-----------------------|
| – объем полный, м ³ | 3,7 |
| – площадь поверхности фильтрования, м ² | 7,5 |
| – рабочее давление, кгс/см ² | до 1 |
| – расчетное давление, кгс/см ² | 4 |
| – рабочая температура, °C | плюс 10 – минус 30 °C |

- | | |
|--|---|
| – масса фильтра, кг | 4200 |
| – материальное исполнение фильтра | сталь 09Г2С |
| – детали, изготавливаемые из легированных сталей | Крепеж (шпильки, болты, гайки) внутри фильтра |
| – скорость вращения мешалки, об/мин | 7,4 |
| – мощность двигателя мотор-редуктора, кВт | 5,5 |

На рис. 4.39 приведена разработанная схема управления работой пульсационного фильтра в непрерывном режиме. Схема является принципиальной, поэтому на ней не отражены все детали.

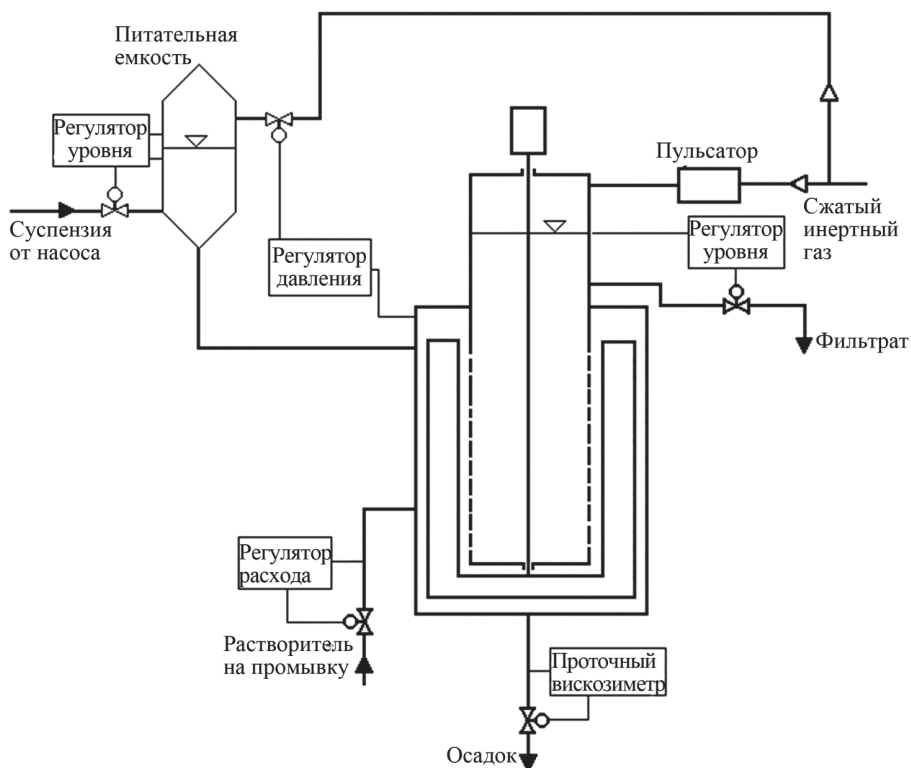


Рис. 4.39. Принципиальная схема включения динамического пульсационного фильтра

Давление в корпусе фильтра поддерживается регулированием давления сжатого инертного газа, подаваемого в буферную емкость, что предотвращает его резкие колебания, характерные для подачи суспензии в корпус непосредственно от насоса.

Степень сгущения осадка регулируется проточным вискозиметром, т. к. динамическая вязкость осадка зависит от концентрации в нем твердой фазы.

Внедрение фильтров на действующих установках депарафинизации и обезмасливания предполагает полную или частичную (поэтапную) замену существующего фильтровального оборудования фильтрами предлагаемой конструкции, имеющими меньшие габаритные размеры. Предусматривается также переобвязка схемы фильтровального отделения в соответствии с условиями применения предлагаемых фильтров.

В отечественной и зарубежной промышленности нет аналогов предлагаемого аппаратного оформления процесса фильтрования суспензий и технологии депарафинизации и обезмасливания с его применением.

Сопоставление конструкции пульсационного фильтра и барабанных вакуумных фильтров, принципа действия и получаемых результатов разделения парафиновых суспензий показало следующие преимущества предлагаемого аппарата:

1. Простота конструкции пульсационного фильтра обусловлена тем, что патрон с фильтрующей поверхностью является неподвижным, поэтому устройство мешалки и уплотнения вала привода не связано с техническими трудностями. В то время как вращение барабана в вакуумном фильтре с целью обеспечения заданной последовательности циклов процесса разделения, приводит к сложной конструкции распределительной головки и всего механизма в целом, высокой металлоемкости оборудования.

2. Применение в качестве фильтрующей поверхности материалов с низкой адгезией кристаллов парафина в предлагаемом фильтре обеспечивает повышение скорости фильтрования, т. к. в этом случае граничный слой между сгущаемой суспензией и фильтрующей поверхностью, образующийся в процессе фильтрования вследствие проникновения кристаллов парафина в поры фильтрующей поверхности, легко разрушается пульсацией фильтрата. В барабанных вакуумных фильтрах применение таких материалов может привести к «сползанию» осадка с фильтрующей поверхности при выходе барабана из суспензии. Поэтому в этих аппаратах, как правило, применяются тканые материалы, удерживающие кристаллы парафина в порах, что снижает скорость фильтрования и ухудшает регенерацию фильтрующей поверхности.

3. Создание избыточного давления для проведения процесса разделения суспензии гораздо проще отбора фильтрата путем создания вакуума. Расход инертного газа на пульсацию многократно ниже, чем при фильтровании под вакуумом, т. к. в этом случае большой объем газа проникает из корпуса в приемный коллектор на стадии сушки и промывки осадка.

4. Регенерация фильтрующей поверхности кратковременным обратным движением фильтрата эффективнее отдувки осадка инертным газом с последующим механическим удалением осадка, т. к. не приводит к «затиранию» кристаллов в поры фильтрующей поверхности.

5. Перемешивание лопастями мешалки сгущаемой суспензии в процессе отделения жидкой фазы приводит к разрушению пространственных кристаллических структур с выделением из них включенного маточного раствора. В барабанных вакуумных фильтрах эти кристаллические структуры не разрушаются и включенный в них маточный раствор не поддается эффективному выделению даже большим количеством промывной жидкости.

6. Промывка осадка в барабанных вакуумных фильтрах происходит в условиях распыления промывной жидкости в среде инертного газа. Движение газа через осадок приводит к его уплотнению и, как следствие, снижению скорости и эффективности промывки. В предлагаемом аппарате процесс промывки происходит при отсутствии газовой фазы. По условиям проведения промывка в нем близка к модели промывки осадка в сплошном слое растворителя в режиме идеального вытеснения маточного раствора.

7. Фильтрация под давлением обеспечивает возможность применения легколетучих растворителей. Отсутствуют потери растворителя, связанные с его испарением при фильтрации под вакуумом. Следствием этого является возможность вести процесс фильтрации при повышенных температурах (например, при получении церезинов с высокой температурой каплепадения).

Для создания пневматических импульсов, обеспечивающих регенерацию фильтрующей поверхности, применяется пульсатор, надежность которого доказана многолетней эксплуатацией в процессе получения парафиновых суспензий в пульсационном кристаллизаторе.

1. Технологические расчеты установок переработки нефти: Учеб. пособие для вузов / Танатаров М. А., Ахметшина М. Н., Фасхутдинов Р. А. и др. – М.: Химия, 1987. – 352 с.
2. Технология переработки нефти и газа. Ч. 3 / Черножуков Н. И. Очистка и разделение нефтяного сырья, производство товарных нефтепродуктов / Под ред. А. А. Гуреева и Б. И. Бондаренко. – 6-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1978. – 424 с.
3. Справочник нефтепереработчика: Справочник / Под ред. Г. А. Ластовкина, Е. Д. Радченко и М. Г. Рудина. – Л.: Химия, 1986. – 648 с.
4. Казакова Л. П., Крейн С. Э. Физико-химические основы производства нефтяных масел. – М.: Химия, 1978. – 320 с.
5. Золотарев П. А. Получение высокоиндексных остаточных масел // Нефтепереработка и нефтехимия. – 1964. – № 10. – С. 14–17.
6. Пат. 2068869 РФ, Способ деасфальтизации гудрона / АООТ «Всероссийский НИ и конструкторско-технологический институт оборудования нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности». – Заявлено 14.02.94; Оpubл. бюл. № 31. – 1996 г.
7. АС 1474169 СССР, МКИ С 10 G 21/00, 21/06. Способ деасфальтизации тяжелых углеводородных фракций / А. Б. Марушкин, А. К. Курочкин, Р. Н. Гимаев, Е. А. Смородов. – № 3804981/23-04; Заявлено 26.10.84; Оpubл. 23.04.89, Бюл. № 15.
8. Пат. 2004571 РФ, МКИ 5 С 10 G 21/00. Оpubл. 1993 г., Бюл. № 45–46.
9. Пат. 2064961 РФ, МКИ 6 С 10 G 21/14. Способ деасфальтизации тяжелых углеводородных фракций / С.П. Яковлев, Н.Н. Хвостенко, А.З. Бройтман, В. Ф. Блохинов.; ПАО «Ярославнефтеоргсинтез». – № 93026694/04; Заявлено 25.05.93; Оpubл. 10.08.96, Бюл. № 22.
10. Экстрактор для процесса очистки гудронов парными растворителями / С. Р. Беркович, А. В. Вишневский, С. П. Яковлев и др. // Нефтепереработка и нефтехимия. – 1990. – № 12. – С. 22–25.
11. Физикохимия нефти. Физико-химические основы технологии переработки нефти / Р. З. Сафиева – М.: Химия, 1998. – 448 с.
12. Barhart J. A., Garwin L. ROSE process improves resid feed // Hydrocarbon Processing. – 1976. – v. 55. – Nb. 5. – p. 125–128.
13. Gearhart I. A. – ROSE process offers energy saving for solvent extraction. 5 Annual Industrial Energy Conservation Technology Conference, Houston, Texas, 1983; Energy Process/Canada, 1983, 75(5), p. 34–40.
14. Gearhart I. A. – Handling heavy residuals by the ROSE process. – World Oil and Gas Conference, Dallas, Texas, 1981.
15. Hood R. L. ROSE supercritical fluid technology // Refining seminar. New Orleans. Louisiana. – October 1989.
16. Таблицы физических величин. Справочник. – М.: Атомиздат, 1976. – С. 245, 247.
17. Nelson S. R., Roodman R. G. ROSE: The Energy Efficient Bottom of the Barrel Alternative. CEP. – 1985. – v.81. – Nb.5. – p. 63–68.

18. Пат. 2064961 РФ, МКИ 6 С 10 G 21/14. Оpubл. 10.08.96, Бюл. № 22.
19. Интенсификация деасфальтизации гудронов пропаном / С. П. Яковлев, Е. Д. Радченко, В. Ф. Блохинов и др. // Химия и технология топлив и масел. – 1998. – № 3. – С. 11–12.
20. Интенсификация процесса деасфальтизации. Внедрение струйной аппаратуры / С. П. Яковлев, Е. Д. Радченко, В. Ф. Блохинов и др. // Химия и технология топлив и масел. – 2003. – № 4. – С. 7–11.
21. Пат. 2218 379 РФ, МКИ C10G 21/14, 21/28. Способ деасфальтизации нефтяных остатков / ОАО «Славнефть-ЯНОС». – № 2001126917/04; Заявлено 03.10.2001; Оpubл. 10.12.2003. Бюл. № 34.
22. Основы жидкостной экстракции / Ягодин Г. А., Каган С. З., Тарасов В. В. и др.; под ред. Г. А. Ягодина. – М.: Химия, 1981. – 400 с.
23. Карпачева С. М., Захаров Е. И. Основы теории и расчета пульсационных колонных реакторов. – М.: Химия, 1980. – 256 с.
24. Карпачева С. М., Рябчиков Б. Е. Пульсационная аппаратура в химической технологии. – М.: Химия, 1983. – 224 с.
25. Справочник нефтепереработчика: Справочник / Под ред. Г. А. Ластовкина, Е. Д. Радченко и М. Г. Рудина. – Л.: Химия, 1986. – 648 с.
26. Переверзев А. Н., Богданов Н. Ф., Рощин Ю. Н. Производство твердых парафинов. – М.: Химия, 1973. – 224 с.
27. Переверзев А. Н. Разработка и обоснование новой технологии производства твердых парафинов: Дис. ... докт. техн. наук: 05.17.07. – М., 1979. – 218 с.
28. Богданов Н. Ф., Переверзев А. Н. Депарафинизация нефтяных продуктов. – М.: Гостоптехиздат, 1961. – 112 с.
29. Рудин М. Г., Дробкин А. Е. Краткий справочник нефтепереработчика. – Л.: Химия, 1980. – 328 с.
30. Разделение углеводородов с использованием селективных растворителей / Битрих Г. Й., Гайле А. А., Лемпе Д. и др. – Л.: Химия, 1987. – 192 с.
31. Казакова Л. П. Твердые углеводороды нефти. – М.: Химия, 1986. – 176 с.
32. Грязнов Б. В., Вознесенская Е. В., Орлова Н. Г. Влияние условий разбавления и охлаждения на фильтрацию рафинатов масляных фракций // Химия и технология топлив и масел. – 1965. – № 6. – С. 29–34.
33. Яковлев С. П. и др. Лабораторная установка для исследования процессов кристаллизации и фильтрации парафинсодержащего сырья / Яковлев С. П., Сухов В. А., Переверзев А. Н., Жуков Н. Д.; ГрозНИИ. – Грозный, 1986. – 6 с.: ил. – Библиогр.: 5 назв. – Деп. в ЦНИИТЭнефтехим 20.11.86, № 106 нх – 86.
34. Бадыштова К. Н., Чесноков А. А., Бурмистров Г. Г. Депарафинизация масел. – М.: Гостоптехиздат, 1962. – 60 с.
35. Чесноков А. А., Бурмистров Г. Г., Шевцов А. Д. Глубокая депарафинизация масел. – М.: Химия, 1966. – С. 47–48.
36. Преображенская А. И., Макаров А. Д., Байворовская Ю. В., Николаева Т. М. Обезмасливание гачей широкого фракционного состава // Нефтепереработка и нефтехимия. – 1969. – № 3. – С. 8–10.

37. Закономерности изменения вязкости среды в процессе кристаллизации смешением / Ю. М. Фадеев, Ю. Н. Рошин, А. Н. Переверзев и др. // Нефтепереработка и нефтехимия. – 1978. – № 10. – С. 30–31.
38. Глазов Г. И., Фалькович М. И., Черножуков Н. И. Некоторые рекомендации по депарафинизации дистиллятных масел // Нефтепереработка и нефтехимия. – 1964. – № 3. – С. 7–10.
39. Глазов Г. И., Унксова Л. Е., Фалькович М. И. Об интенсификации процесса депарафинизации дистиллятных рафинатов // Химия и технология топлив и масел. – 1964. – № 4. – С. 16–21.
40. Яковлев С. П. Интенсификация депарафинизации масел и производства парафинов путем совершенствования процесса в скребковых кристаллизаторах // Тр. ГрозНИИ. – 1985. – № 39. – С. 82–87.
41. Акимов В. С., Абрамович С. Ш., Смирнова Н. И. Влияние интенсивности перемешивания охлаждаемых растворов рафинатов на процесс их депарафинизации // Тр. БашНИИ НП. – 1964. – Вып. VII. – С. 53–55.
42. Фадеев Ю. М., Рошин Ю. М., Железнов П. А. Влияние интенсивности перемешивания суспензии на процесс обезмасливания при кристаллизации смешением // Тр. ГрозНИИ. – Вып. 34. – 1980. – С. 5–9.
43. Фадеев Ю. М., Переверзев А. Н., Рошин Ю. Н. Результаты обследования работы кристаллизаторов на установках депарафинизации масел // Нефтепереработка и нефтехимия. – 1975. – № 3. – С. 12–14.
44. Переверзев А. Н., Захарова З. Г., Яковлев С. П. Расчет тепловой нагрузки кристаллизационного оборудования установок депарафинизации и обезмасливания парафинов и церезинов / ГрозНИИ. – Грозный, 1985. – 10 с.: ил. – Библиогр.: 5 назв. – Деп. в ЦНИИТЭнефтехим 1985 г. № 12 нх-85.
45. Метод оценки эффективности скребковых кристаллизаторов с различным диаметром теплообменных труб / С. П. Яковлев, Ю. А. Чебанов, А. В. Вишневский и др. // Нефтепереработка и нефтехимия. – 1991. – № 4. – С. 24–27.
46. Новые конструкции кристаллизаторов / С. Г. Мустаев, Л. Г. Ведерников, и др. // Нефтепереработка и нефтехимия. – 1984. – № 1. – С. 42–44.
47. Armstrong R. M. The scraped shell crystallizer // British Chemical Engineering. – 1969. – v. 14. – № 5. – p. 647.
48. Жуков В. Н., Краснолуцкая Т. И. Современные конструкции кристаллизаторов. – М.: ЦИНТИХимНефтемаш, 1981. – 54 с.
49. Абрамович С. Ш., Ишмаева Р. М., Черножуков Н. И. Влияние ультразвука на процесс депарафинизации масел // Химия и технология топлив и масел. – 1965. – № 3. – С. 29–33.
50. АС 1639799 СССР, МКИ В 08 В 9/00, 9/38. Устройство для очистки поверхности цилиндрических аппаратов, заполненных рабочей жидкостью / С. П. Яковлев, В. А. Сухов, А. Н. Переверзев, Ю. М. Фадеев. – № 4458575/12; Заявлено 16.05.88; Опубл. 07.04.91, Бюл. № 13.
51. Акимов В. С., Черек И. И., Кругликова О. С. Метод интенсификации процессов обезмасливания гачей и петролатумов и депарафинизации масел // Тр. БашНИИ НП. – 1962. – Вып. V. – С. 117–130.

52. Arrenbout G., Kuiyk A. N., Smit W. M. // *Ghemie and industrie geie Chimigüe.* – 1973. – № 3. – p. 139–142.
53. Пат. 3350297 США, МКИ С 10 J. Staged centrifugation of wax from a counter-current extraction process / L. B. Torobin; Esso Research № 350958; Заявлено 11.03.64; Оpubл. 31.10.67; НКИ 208-37. – 3 с.
54. Пат. 3350296 США, МКИ С 10 J. Wax separation by countercurrent contact with an immiscible coolant / L. B. Torobin; Esso Research № 322733; Заявлено 12.11.63; Оpubл. 31.10.67; НКИ 208-37. – 2 с., ил.
55. Пат. 2020270 Франция, МКИ С 10 J 43 / 00. Procède de deshuilage de paraffines contenant de L'huile / Edeleanu gesell schaft. – № 346338; Заявлено 09.10.68; Оpubл. 21.08.70. – 2 с.
56. Пат. 2436810 Франция, МКИ С 10 G 43/10. Procède de deparraffinage d'huiles par solvants / T. H. West; Exxon Research and Engineering Co. – № 27311; Заявлено 22.10.78; Оpubл. 23.05.80. – 2 с.
57. Пат. 2313438 Франция, МКИ С 10 G 43/10. Procède de deparraffinage par solvants / J. D. Bushnell; Exxon Research and Engineering Co. – № 16848; Заявлено 03.07.76; Оpubл. 04.02.77. – 2 с.
58. Пат. 2138248 Франция, МКИ С 10 J 43/00. Procède de deparraffinage / A. Rojey; Institut français du Pétrole. – № 18341; Заявлено 19.05.71; Оpubл. 09.02.73. – 4 с.
59. Пат. 4375403 США, МКИ С 10 G 21/00. Solvent dewaxing process/ C. W. Harrison, H. I. Pitman; Texaco Inc. – № 340436; Заявлено 18.01.82; Оpubл. 01.03.83; НКИ 208-33. – 2 с.
60. Внедрение модификатора структуры кристаллов твердых углеводородов на секции 400 установки КМ-2 АООТ ЯРНОС / Е. Н. Заяшников, В. Ф. Блохинов, Н. Н. Прошин и др. // Проблема совершенствования технологии производства и улучшения качества нефтяных масел. Сборник трудов. – М.: Нефть и газ, 1996. – С. 125–136.
61. Ермолаев В. Н. О новых разработках ВНИИНЕФТЕМАШ в области нефтегазо-перерабатывающего оборудования / Разработка, производство, применение горючесмазочных материалов и технических средств нефтепродуктообеспечения: Тезисы докладов научно-технической конференции. Москва, 20–23 октября 1998. 25 ГосНИИ МО РФ. – М.: ЗАО «Издательский центр «Новый Век», 1998. – 272 с.
62. Пат. 1326326 Великобритания, МКИ С 10 J 43/08. Dewaxing oils / Texaco Development Corp. – № 51877/71; Заявлено 21.12.70; Оpubл. 08.08.73; НКИ С5Е. – 2 с.
63. Пат. 126764 Великобритания, МКИ С 10 J 43/14. Solvent dewaxing mineral oils/ Texaco Development Corp. – № 48064/70; Заявлено 09.10.70; Оpubл. 22.03.72; НКИ С5Е. – 4 с.
64. Пат. 1267491 Великобритания, МКИ С 10 J 43/04. Separation wax from oils / British Petroleum Co. – № 795; Заявлено 07.01.70; Оpubл. 22.03.72; НКИ С5Е. – 4 с.
65. Пат. 2034616 Франция, МКИ С 10 J 43/00. Procède de deparraffinage des huiles de petrol par solvant selectif / Esso Research and Engineering Co. – № 15802; Заявлено 10.03.70; Оpubл. 16.01.71. – 3 с.

66. Пат. 2369334 Франция, МКИ С 10 G 43/08. Procédé pour le deparaffinage d'huiles de pétrole / Exxon Research and Engineering Co. – № 32332; Заявлено 02.10.77; Опубл. 03.07.78. – 3 с.
67. Пат. 2337197 Франция, МКИ С 10 G 43/08. Procédé de deparaffinage au solvant d'huiles de pétrole contenant de la paraffine / Exxon Research and Engineering Co. – № 39631; Заявлено 30.12.76; Опубл. 02.10.77. – 4 с.
68. Пат. 4111790 США, МКИ С 10 G 43/08. Chilling dewaxing solvent / Exxon Research and Engineering Co. – № 736514; Заявлено 28.10.76; Опубл. 05.09.78; НКИ 208-33. – 4 с.
69. Пат. 4115242 США, МКИ С 10 G 43/08. Solvent dewaxing process / Texaco Inc. – № 813142; Заявлено 05.07.77; Опубл. 19.10.78; НКИ 208-33. – 3 с.
70. Пат. 4145275 США, МКИ С 10 G 43/08. Dilchill dewaxing using wash filtrate solvent dilution / Exxon Research and Engineering Co. – № 646006; Заявлено 02.01.76; Опубл. 05.07.77; НКИ 208-33. – 4 с.
71. Пат. 4146461 США, МКИ С 10 G 43/08. Dilution chilling dewaxing by modification of tower temperature profile / Exxon Research and Engineering Co. – № 736066; Заявлено 27.10.77; Опубл. 24.12.77; НКИ 208-33. – 5 с.
72. Пат. 4217203 США, МКИ С 10 G 43/08. Continuous autorefrigerative dewaxing process and apparatus / Exxon Research and Engineering Co. – № 974072; Заявлено 15.10.77; Опубл. 28.12.78; НКИ 208-35. – 4 с.
73. Пат. 3871991 США, МКИ С 10 G 43/08. Temporarily Immiscible dewaxing / Exxon Research and Engineering Co. – № 372775; Заявлено 10.04.73; Опубл. 10.07.73; НКИ 208-33. – 3 с.
74. Пат. 4319962 США, МКИ С 10 G 43/08. Continuous autorefrigerative dewaxing apparatus / Exxon Research and Engineering Co. – № 974072; Заявлено 28.12.78; Опубл. 05.10.79; НКИ 208-35. – 4 с.
75. Пат. 4088565 США, МКИ С 10 G 43/08. Solvent dewaxing process / Texaco Inc. – № 812958; Заявлено 12.03.75; Опубл. 05.06.77; НКИ 208-33. – 5 с.
76. Пат. 4140620 США, МКИ С 10 G 43/08. Incremental dilution dewaxing process / Texaco Inc. – № 813138; Заявлено 05.07.77; Опубл. 20.02.79; НКИ 208-33. – 3 с.
77. Пат. 4216075 США, МКИ С 10 G 43/08. Combination dewaxing process / Exxon Research and Engineering Co. – № 974070; Заявлено 28.12.78; Опубл. 06.07.80; НКИ 208-35. – 5 с.
78. АС 564331 СССР, МКИ С 10 G 43/06. Способ депарафинизации нефтяных масел / Д. Ф. Варфоломеев, Н.П. Дагаев, М.М. Куковицкий. – № 2013208/04; Заявлено 06.05.72; Опубл. 11.04.74, Бюл. № 25. – 3 с.
79. АС 594160 СССР, МКИ С 10 G 43/04. Способ депарафинизации и обезмасливания нефтепродуктов / М. М. Куковицкий, В. А. Либерман, З. З. Мусаев, Б. М. Горбушин. – № 2384481/23-04; Заявлено 20.02.74; Опубл. 07.07.76, Бюл. № 7. – 4 с.
80. АС 781211 СССР, МКИ С 10 G 43/08. Способ депарафинизации масляных фракций / М. М. Куковицкий, М. Г. Рахимов, В. А. Либерман, З. З. Мусаев. – № 2673195/23-04; Заявлено 10.11.76; Опубл. 29.09.78, Бюл. № 43. – 5 с.

81. АС 959751 СССР, МКИ С 10 G 73/06. Способ депарафинизации масляных фракций / В. А. Либерман, В. Л. Лебедев, Г. Г. Слесарев. – № 2965114/23-04; Заявлено 10.02.78; Оpubл. 26.06.86, Бюл. № 30. – 4 с.
82. АС 1002349 СССР, МКИ С 10 G 73/04. Способ депарафинизации остаточного рафината / А. А. Гундырев, А. А. Гуреев, Л. П. Казакова, И. Р. Ташур, М. Л. Мухин. – № 3349470/23-04; Заявлено 03.02.80; Оpubл. 21.10.81, Бюл. № 9. – 3 с.
83. Gudelis D. A., Eagen I. K., Bushnell I. D. // Oil and Gas Journal, 1973. – v. 71. – N 33. – p. 101–104.
84. Переработка нефти и нефтехимия. Экспресс- информация, 1974. – № 7. – С. 4–6.
85. Химия и переработка нефти и газа. Экспресс- информация. – 1974. – № 4. – С. 27–32.
86. Переверзев А. Н., Ясеновец Г. П., Горин И. Г. Испытание кристаллизатора смешения в промышленных условиях // Тр. ГрозНИИ. – 1985. – № 39. – С. 78–82.
87. Яковлев С. П., Переверзев А. Н., Яковлева Н. Ю. Методика теплового расчета кристаллизатора смешения в процессах обезмасливания и депарафинизации / ГрозНИИ. – Грозный, 1989. – 8 с.: ил. – Библиогр.: 4 назв. – Деп. в ЦНИИТ-Энефтехим 1989 г. № 124 нх-89.
88. Пат. 2457705 Франция, МКИ В 01 D 9/02. Crystallisation par transfert de chaleur a travers des tubes poreux/ R. W Chaunce, T. I. Meginley; Suntech Inc. – № 44292; Заявлено 31.05.79; Оpubл. 14.05.80. – 9 с., ил.
89. Основные процессы и аппараты химической технологии: Пособие по проектированию / Г. С. Борисов, В. П. Брыков, Ю. И. Дытнерский и др. Под ред. Ю. И. Дытнерского, 2-е изд., перераб. и дополн. М.: Химия, 1991. – 496 с.
90. Дытнерский Ю. И. Процессы и аппараты химической технологии: Учебник для вузов. Изд. 2-е. В 2-х кн.: Часть 1. Теоретические основы процессов химической технологии. Гидромеханические и тепловые процессы и аппараты. М.: Химия, 1995. – 400 с.
91. Дытнерский Ю. И. Процессы и аппараты химической технологии: Учебник для вузов. Изд. 2-е. В 2-х кн.: Часть 2. Массообменные процессы и аппараты. М.: Химия, 1995. – 400 с.
92. Романков П. Г., Курочкина М. И. Гидромеханические процессы химической технологии. – 3-е изд., перераб. – Л.: Химия, 1982 – 288 с.
93. Касаткин А. Г. Основные процессы и аппараты химической технологии. 9-е изд. М.: Химия, 1973. – 750 с.
94. Плановский А. Н., Рамм В. М., Каган С. З. Процессы и аппараты химической технологии. М.: Химия, 1968. – 848 с.
95. Скобло А. И., Трегубова И. А., Молоканов Ю. К. Процессы и аппараты нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1982. – 584 с.
96. Расчеты основных процессов и аппаратов нефтепереработки. Справочник. / Г. Г. Рабинович, П. М. Рябых, П. А. Хохряков и др. М.: Химия, 1979. – 568 с.
97. Пат. 2098456 РФ, МКИ С 10 G 73/06. Способ получения масел и парафинов / С. П. Яковлев, Е. Д. Радченко. – № 95119872/04; Заявлено 24.11.95; Оpubл. 10.12.97, Бюл. № 34.

98. Яковлев С. П., Сухов В. А., Чебанов Ю. А. Тепловой расчет кристаллизатора смешения для производства парафинов и масел // Нефтепереработка и нефтехимия. – 1991. – № 5. – С. 45–48.
99. Карпачева С. М., Рагинский Л. С., Муратов В. М. Основы теории и расчета горизонтальных пульсационных аппаратов и пульсаторов. – М.: Атомиздат, 1981. – 192 с.
100. Павлов К. Ф., Романков П. Г., Носков А. А. Примеры и задачи по курсу процессов и аппаратов химической технологии. – 9-е изд. перераб. и доп., – Л.: Химия, 1981. – 560 с.
101. Кристаллизатор пульсационного смешения: результаты промышленной эксплуатации в процессах депарафинизации масел / С. П. Яковлев, Е. Д. Радченко, Н. Н. Хвостенко и др. // Наука и технология углеводородов. – 1999. – № 2. – С. 41–45.
102. Кристаллизатор пульсационного смешения для процесса депарафинизации. Результаты промышленного внедрения на комплексе КМ-2 / С. П. Яковлев, Е. Д. Радченко, В. Ф. Блохинов и др. // Химия и технология топлив и масел. – 2000. – № 4. – С. 12–15.
103. Эффективность депарафинизации масляного рафината в кристаллизаторах разного типа / С. П. Яковлев, Е. Д. Радченко, В. Ф. Блохинов и др. // Химия и технология топлив и масел. – 2002. – № 2. – С. 16–17.
104. Сопоставление эффективности процессов депарафинизации и обезмасливания с применением кристаллизатора DILCHIL и пульсационного кристаллизатора / С. П. Яковлев, В. М. Школьников // Мир нефтепродуктов. – 2003. – № 3. С. 20–24.
105. Внедрение пульсационного кристаллизатора на установке депарафинизации / Яковлев С. П. // Химия и технология топлив и масел. – 2005. – № 4. С. 12–15.
106. Заявка № 2005107841/04 (009399) от 22.03.2005 г. Решение о выдаче патента РФ от 16.03.2006 г.
107. Пульсационные кристаллизаторы на установках депарафинизации / А. Н. Поляков, А. В. Тарасов, Н. И. Суздальцев и др. // Химия и технология топлив и масел. – 2007. – № 1. – С. 17–19.
108. Комбинированный процесс получения базовых масел и глубоко обезмасленных парафинов / С. П. Яковлев, В. А. Захаров, В. А. Болдинов и др. // Химия и технология топлив и масел. – 2006. – № 2. – С. 13–15.
109. Crystallization technique to simplify dewaxing // Petroleum technology. – 1999/2000. – winter. – p. 37–43.
110. Способ депарафинизации масел и получения твердых парафинов. Пат. 2272069 РФ, МКИ С 10 G 73/06, Оpubл. 20.03.2006 г., Бюл. № 8.
111. Жужиков В. А. Фильтрование: Теория и практика разделения суспензий. – 4-е изд., перераб. и доп.. – М.: Химия, 1980. – 400 с.
112. Малиновская Т. А., Кобринский И. А., Кирсанов О. С., Рейнфарт В. В. Разделение суспензий в химической промышленности. – М.: Химия, 1983. – 264 с.
113. Выбор перепада давления при фильтрации парафиновых суспензий / Сухов В. А, Яковлев С. П., Переверзев А. Н. и др. // Нефтепереработка и нефтехимия. – 1988. – № 7. – С. 28–31.

114. АС 1407514 СССР, Барабанный вакуумный фильтр / В. А. Сухов, С. П. Яковлев, А. Н. Переверзев и др. – Оpubл. 1988, Бюл. № 25.
115. АС 850152 СССР, МКИ В 01 D 33/06. Барабанный вакуум-фильтр / И. И. Емелин, С. А. Артемьев. – № 2846277/23-26; Оpubл. 30.07.81, Бюл. № 15.
116. Пат. 4303524 США. – № 13880; Заявлено 28.05.80; Оpubл. 01.12.81; НКИ 210-406.
117. Пат. 2285918 Франция, МКИ В 01 D 35/00, 37/00. – № 7432552; Заявлено 26.09.74; Оpubл. 28.05.76.
118. Пат. 2316993 Франция, МКИ В 01 D 33/06. / Texaco Development Corporation. – № 7616224; Заявлено 28.05.76; Оpubл. 11.03.77.
119. Пат. 2149462 Франция, МКИ В 01 D 29/00. / Mobil oil Corporation. – № 7229227; Заявлено 11.08.72; Оpubл. 04.05.73.
120. Пат. 2419746 Франция, МКИ В 01 D 33/06. / Envirotech Corporation. – № 7906500; Заявлено 14.03.79; Оpubл. 16.11.79.
121. АС 278632 СССР, МКИ В 01 D 29/28. Фильтр-сгуститель / Карпачева С. М. – № 1238756/23-26; Заявлено 06.05.68; Оpubл. 21.08.70.
122. АС 321267 СССР, МКИ В 01 D 35/26. Фильтр-сгуститель пульсационный / Карпачева С. М. – № 3490024/23-26; Заявлено 25.03.65; Оpubл. 05.06.71.
123. АС 593712 СССР, МКИ В 01 D 25/38. Пульсационный фильтр / Мартынов Б. В. – № 2329107/23-26; Заявлено 02.03.76; Оpubл. 05.06.78.
124. Пат. 1641390 РФ, МКИ 5 В 01 D 29/72. Фильтр пульсационный / С. П. Яковлев, В. А. Сухов, А. Н. Переверзев. – № 4483056/26; Заявлено 13.06.88; Оpubл. 1991, Бюл. № 14.
125. Пат. 1764671 РФ, МКИ В 01 D 29 / 72. Пульсационный фильтр / Ю. А. Чебанов, С. П. Яковлев, В. А. Сухов.; Грозненский нефтяной научно-исследовательский институт. – № 4836561/26; Заявлено 07.06.90; Оpubл. 30.09.92, Бюл. № 36.
126. Яковлев С. П., Сухов В. А., Фадеев Ю. М. Расчет динамических пульсационных фильтров для непрерывного разделения суспензий // Нефтепереработка и нефтехимия. – 1989. – № 12. – с. 37–40.
127. Яковлев С. П., Сухов В. А., Чебанов Ю. А. Разделение парафиновых суспензий на пульсационном фильтре непрерывного действия // Нефтепереработка и нефтехимия. – 1990. – № 8. – с. 32–34.
128. Яковлев С. П., Чебанов Ю. А. Расчет процесса двухступенчатой фильтрации на пульсационных фильтрах непрерывного действия // Нефтепереработка и нефтехимия. – 1992. – № 4. – с. 18–21.
129. Пат. 2091130 РФ, МКИ 6 В 01 D 29/72. Фильтр для разделения суспензий / С. П. Яковлев. – № 95116892/25; Заявлено 04.10.95; Оpubл. 27.09.97, Бюл. № 27.
130. Яковлев С. П., Болдинов В. А., Шахова Н. М. и др. Новое фильтровальное оборудование для процессов депарафинизации и обезмасливания // Химия и технология топлив и масел. – 2005. – № 6. – с. 17–21.
131. Яковлев С. П., Болдинов В. А. Пульсационные фильтры в производстве масел и парафинов. Перспективы внедрения // Химия и технология топлив и масел. – 2007. – № 2. – с. 12–15.

132. Брагинский Л. Н., Бегачев В. И., Барабаш В. И. Перемешивание в жидких средах: физические основы и инженерные методы расчета. – Л.: Химия, 1984. – 336 с.
133. Чугаев Р. Р. Гидравлика: Учебник для вузов. – 4-е изд., доп. и перераб. – Л.: Энергоиздат. Ленинград. отд-ние, 1982. – 672 с., ил.
134. Внедрение пульсационного кристаллизатора на установке Г-39-40 АО «Укртатнафта» / С. П. Яковлев, В. П. Лекомцев, А. Н. Денисюк и др. // Мир нефтепродуктов. – 2008. – № 5. – с. 14–15.
135. Депарафинизация и обезмасливание с применением кристаллизатора пульсационного смешения / С. П. Яковлев, Болдинов В. А. // Химия и технология топлив и масел. – 2009. – № 3. – с. 7–13.
136. Новый справочник химика и технолога. Сырье и продукты промышленности органических и неорганических веществ. Ч. 1 – СПб.: АНО НПО «Профессионал», 2002 г. – С. 728–730.
137. Пат. 2517703 РФ, МКИ C10G 73/06. Способ получения парафинов и депарафинированных масел / С.П. Яковлев, Л.Я. Керм. – № 2013106003/04; Заявлено 12.02.10.2013; Оpubл. 27.05.2014, Бюл. № 15.
138. Пат. 2590156 РФ, МКИ C10G 21/28. Способ регенерации растворителя / С. П. Яковлев. – № 2015117112/04; Заявлено 05.05.2015; Оpubл. 10.07.2016, Бюл. № 19.
139. Энергосберегающая технология регенерации пропана в процессе деасфальтизации / С. П. Яковлев // Нефтепереработка и нефтехимия. – 2018. – № 1. – с. 35–38.
140. Пат. 2217475 РФ, МКИ C10G 21/28. Способ регенерации растворителя / ОАО «Славнефть-ЯНОС». – № 2002101330/04; Заявлено 10.01.2002; Оpubл. 27.11.2003. Бюл. № 33.
141. Болдинов В. А., Пилипенко А. Н., Лавриненко А. М. и др. Энергосберегающая схема регенерации пропана при деасфальтизации гудрона // ХТММ. – 2004. – № 4. – С. 18–20.
142. Численное моделирование теплообмена в дисковом регенеративном кристаллизаторе новой конструкции / А. В. Вишневский, С. С. Круглов, В. А. Лукьянов и др. // Труды РГУ нефти и газа имени И. М. Губкина. – 2013. – № 2. – с. 64–70.
143. Капустин В. М., Тонконогов Б. П., Фукс И. Г. Технология переработки нефти. Часть третья. Производство нефтяных смазочных материалов. – М.: Химия, 2014. – с. 225–227.
144. Пат. 2532808 РФ, МПК C10G 21/06. Способ регенерации растворителя в процессах депарафинизации и обезмасливания / ООО «ВОКСТЭК» – № 2013138874/04; Заявлено 20.08.2013; Оpubл. 10.11.2014. Бюл. № 31.
145. Яковлев С. П., Керм Л. Я., Давыдов Д. В. Технология регенерации растворителя в процессах депарафинизации, исключая образование «влажного» растворителя. // Мир нефтепродуктов. Вестник нефтяных компаний. – 2014. – № 5. – С. 16–20.

Книги почтой

Заказ можно сделать на сайте издательства
www.infra-e.ru

1	Аварийные ситуации в бурении на нефть и газ
2	Безопасность труда в газовом хозяйстве
3	Биотехнология нефтедобычи. Принципы и применение
4	Буровая гидравлика
5	Буровые растворы
6	ВДГО – 2020. Внутридомовое газовое оборудование
7	Выбор и расчет оборудования для добычи нефти
8	Геофизические исследования скважин. Справочник мастера по промысловой геофизике
9	Геохимические технологии поисков, разведки, разработки, добычи и переработки нефти и газа
10	Гидрогенизационная переработка нефтяных фракций
11	Гидрокавитационные технологии в нефтегазовой отрасли
12	Датчики систем управления строительством нефтегазовых скважин
13	Дефекты скважинных установок электроцентробежного насоса
14	Деформационные и фильтрационные процессы в нефтегазонасыщенных пластах
15	Дистанционные методы в нефтегазовой геологии
16	Дистанционные методы поисков месторождений нефти и газа на морских акваториях
17	Защита нефтегазопроводов от коррозии. Защитные покрытия
18	Электрохимическая защита нефтегазопроводов
19	Инженерные расчеты при бурении
20	Инженерно-экологический справочник. <i>Комплект в трех книгах</i>
21	Кибербезопасность объектов топливно-энергетического комплекса.
22	Конструкция нефтяных и газовых скважин. Осложнения и их преодоление
23	Методы дистанционного зондирования при разведке и разработке месторождений нефти и газа
24	Методы и технологии поддержания пластового давления
25	Механизация строительных и ремонтных работ в трубопроводном транспорте углеводородов
26	Надежность нефтегазовых объектов в арктических условиях
27	Надежность оборудования в морской нефтедобыче
28	Наружные газопроводы. Мониторинг, обслуживание и ремонт
29	Нефтегазовая инженерия при освоении скважин
30	Нефтегазовое дело. Полный курс. <i>В двух томах</i>
31	Нефтегазовое технологическое оборудование. Справочник ремонтника
32	Нефешламы: уничтожение, утилизация, дезактивация

33	Новые технологии и оборудование в производстве базовых масел и парафинов
34	Оборудование для бурения скважин
35	Оборудование нефтегазопереработки, химических и нефтехимических производств. <i>В двух томах</i>
36	Основы геофизических методов исследования нефтяных и газовых скважин
37	Основы технической диагностики и оценки надежности нефтегазопроводов
38	Основы техники, технологии и безопасности буровых работ
39	Повышение скоростей бурения и дебитов нефтегазовых скважин
40	Повышение эффективности бурения горизонтальных стволов скважин в сложных карбонатных коллекторах с низкими градиентами пластового давления углеводородных систем
41	Подготовка и переработка нефтей
42	Полимерные армированные трубопроводы в современных гидравлических системах
43	Проектирование газораспределительных пунктов и разработка телемеханики учёта расхода газа
44	Проектирование и эксплуатация систем электрического обогрева в нефтегазовой отрасли
45	Проектирование процесса углубления скважины
46	Приоритетные направления энергосбережения в трубопроводном транспорте нефти
47	Процессы стабилизации нефтей, газоконденсатов и нефтяных фракций
48	Пункты редуцирования газа
49	Разработка нефтяных месторождений
50	Расчет нефтепромыслового оборудования
51	Расчеты машин и оборудования для добычи нефти и газа
52	Рациональное использование попутного нефтяного газа
53	Результаты дистанционных исследований в комплексе поисковых работ на нефть и газ
54	Решение современных проблем нефтегазовой геологии дистанционными методами
55	Сверхкритические технологии в нефтегазовой отрасли
56	Сети газопотребления котельных
57	Системы автоматизации в газовой промышленности
58	Системы автоматизации в нефтяной промышленности
59	Современные методы гидродинамических исследований скважин. Справочник инженера по исследованию скважин.
60	Современные микроамплитудные тектонические движения, дистанционные методы их изучения и значение для нефтегазовой геологии
61	Современные средства ликвидации аварийных разливов нефти в трубопроводном транспорте
62	Современные химические методы насосного дозирования в нефтедобыче
63	Сооружение и эксплуатация газонефтепроводов и газонефтехранилищ
64	Справочник бурового мастера. <i>В двух томах</i>

65	Справочник геолога нефтегазоразведки: нефтегазопромысловая геология и гидрогеология
66	Справочник инженера по эксплуатации нефтегазопроводов и продуктопроводов
67	Справочник мастера по подготовке газа
68	Справочник мастера по ремонту нефтегазового технологического оборудования
69	Практическая геохимия
70	Проектирование и эксплуатация систем электрического обогрева в нефтегазовой отрасли
71	Проектирование процесса углубления скважины
72	Приоритетные направления энергосбережения в трубопроводном транспорте нефти
73	Процессы стабилизации нефтей, газоконденсатов и нефтяных фракций
74	Процессы и оборудование в технологиях подготовки и переработки углеводородных газов
75	Пункты редуцирования газа
76	Разработка нефтяных месторождений
77	Расчет нефтепромыслового оборудования
78	Справочник мастера строительно-монтажных работ. Сооружение и ремонт нефтегазовых объектов
79	Справочник газовика
80	Справочник по газопромысловому оборудованию
81	Строительство глубокой скважины с применением моделей бурения «in situ». Эффект наследования деформации в горной породе при бурении и эксплуатации скважин
82	Теоретические основы разработки нефтяных и газовых месторождений
83	Технология бурения с управлением забойным давлением в системе «скважина – пласт»
84	Технологии ремонта и эксплуатации нефтепромыслового оборудования
85	Технологические аспекты охраны окружающей среды в добыче нефти
86	Технологические потери природного газа при транспортировке по газопроводам: магистральные газопроводы, наружные газопроводы, внутридомовые газопроводы
87	Управление ректификацией нефти. Технологические диалоги
88	Управление электроприводами скважинных насосных установок
89	Физика пласта
90	Физико-химические свойства нефтей и нефтепродуктов
91	Экологическая безопасность при разработке северных нефтегазовых месторождений
92	Экологические аспекты при строительстве нефтяных и газовых скважин
93	Эксплуатация месторождений нефти в осложненных условиях
94	Эксплуатация и обслуживание объектов добычи нефти и газа
95	Эксплуатация оборудования и объектов газовой промышленности
96	Энергосбережение при эксплуатации магистральных насосных агрегатов

Сергей Павлович Яковлев

**НОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И ОБОРУДОВАНИЕ
В ПРОИЗВОДСТВЕ БАЗОВЫХ МАСЕЛ И ПАРАФИНОВ**

Монография

ISBN 978-5-9729-0750-2



Подписано в печать 30.04.2021
Формат 60×84/16. Бумага офсетная.
Гарнитура «Таймс».

Издательство «Инфра-Инженерия»
160011, г. Вологда, ул. Козленская, д. 63
Тел.: 8 (800) 250-66-01
E-mail: booking@infra-e.ru
<https://infra-e.ru>

Издательство приглашает
к сотрудничеству авторов
научно-технической литературы