

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
ФГАОУ ВО «Северо-Восточный федеральный университет  
имени М.К. Аммосова»  
Институт естественных наук  
Химическое отделение

**НЕВОЛИНА ИРИНА АНДРЕЕВНА**

**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ЛИНИИ ПРОИЗВОДСТВА  
ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА ИЗ ВТОРИЧНОГО СЫРЬЯ И  
ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ  
ПРОДУКЦИИ**

**АВТОРЕФЕРАТ**  
диссертации на соискание степени магистра  
Направление подготовки 04.04.01 Химия.  
Химическое материаловедение

Якутск, 2021 г.

## **Общая характеристика работы**

Актуальность работы. В результате добычи, транспортировки, переработки и хранения нефти происходит образование нефтяных отходов - нефтешламов. С каждым годом запасы нефтешламов увеличиваются и копятя в специально построенных хранилищах, занимающих огромные территории и наносящих большой ущерб экологии. Несмотря на развитие технологий снижающих образование шламов, нефтяные отходы и их переработка продолжают оставаться серьезной проблемой в нефтегазовой отрасли.

Только на Якутской нефтебазе (в одном из 19 филиалов по РС(Я)) организации АО «Саханефтегазсбыт» 1200 тонн нефтяных отходов, которые образовались при зачистке резервуаров хранения и трубопроводов, при длительном хранении нефтепродуктов образуются некондиционные остатки и мертвые полости, которые уже невозможно отпускать в качестве товарного нефтепродукта, также к нефтяным отходам относятся отработанные масла. На предприятиях нефтегазовой отрасли накапливается большое количество нефтешламов, степень использования и утилизации которых невысока. В независимости от причины появления, нефтеотходы в первую очередь рассматриваются с точки зрения их вредного воздействия на окружающую среду и здоровье человека. Утилизация отходов производится преимущественно сжиганием или использованием, например, как компонента в дорожных покрытиях. Таким образом, разработка ресурсосберегающей технологии переработки нефтяного вторичного сырья для экологической безопасности природных экосистем, является актуальной.

Данная работа посвящена исследованию эффективной и экологически безопасной переработке вторичного сырья. Представлен анализ источников нефтяных загрязнений, их влияния на компоненты природной среды, утилизация и вовлечение в производственный цикл. Приведен обзор

существующих и наиболее распространенных методов воздействия на углеводородсодержащие отходы. Отмечены основные преимущества и недостатки, свойственные рассмотренным методам. Данный подход к сложившейся проблеме решает экологические задачи, и задачи рационального использования нефтяных отходов.

**Цель работы** Разработка экологически безопасной технологии переработки нефтяного вторичного сырья с получением товарного нефтепродукта.

**В задачи** исследования входило:

1. Разработка технологической линии переработки вторичного сырья, включающая в себя: линию подготовки сырья, переработки и участок готовой продукции;
2. Реализация производства топлива из нефтяных отходов на укомплектованной технологической линии, установленной в организации ООО «Сахабитум»;
3. Исследование физико-химических показателей продукции в лаборатории филиала Якутская нефтебаза АО «Саханефтегазсбыт».

**Научная новизна** выражена в комплексном исследовании, предметом которой стал состав и физико-химические особенности вторичного сырья. Разработана и обоснована схема обращения с нефтяными отходами. Представлена возможность решения проблемы утилизации многотоннажных нефтяных отходов и технология изготовления товарного продукта.

**Практическая значимость.**

1. Разработана технологическая линия переработки нефтяных отходов с получением товарного топлива и мазута на базе организации ООО «Сахабитум».
2. Проведены опытные производственные испытания и исследования физико-химических показателей полученного топлива, которое отнесено к дизельному топливу ГОСТ 305-2013.

3. Полученный результат может быть использован предприятиями нефтяной отрасли для создания более эффективной технологии утилизации нефтяных отходов.

**Достоверность и обоснованность результатов,** научных положений и выводов, содержащихся в диссертационной работе, подтверждаются значительным объемом проведенных лабораторных исследований по определению основных физико-химических показателей и согласованностью полученных результатов с Государственными стандартами. Достоверность экспериментальных данных обеспечивается использованием современных средств измерений и стандартных методик проведения исследований, а также методов статистической обработки данных.

#### **Апробация работы.**

Материалы диссертации апробированы в виде научных докладов, прошли обсуждение на научных и научно-практических конференциях: Всероссийская научно-практическая конференция «ЭРЭЛ-2021».

#### **Структура и объем работы.**

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и списка литературы. Работа изложена на 69 страницах машинописного текста, включающего 8 рисунков, 12 таблиц, списка литературы из 81 наименования.

#### **Содержание работы**

**Во введении** обоснована актуальность темы диссертации, сформулирована цель, основные задачи исследований, научная новизна и практическая значимость работы.

**В первой главе** рассмотрены основные источники образования нефтяных отходов, приведены существующие технологии утилизации и переработки нефтесодержащих отходов, изучены эффективные, ресурсосберегающие и экологически безопасные методы переработки.

В ходе проведенного аналитического обзора литературы было установлено, что наиболее перспективным, позволяющим максимально

полно и с наибольшей выгодой перерабатывать нефтешламы, является процессы ректификации.

**Во второй главе** разрабатывается технологическая линия переработки вторичного сырья с подбором вспомогательного оборудования, опираясь на результаты исследования нефтяных отходов.

Выбранная нами переработка нефтяных отходов направлена на использование безотходной утилизации и ресурсосбережению. Что позволяет улучшить экологическую ситуацию в районах нефтяной отрасли и ведет к наиболее рациональному использованию природных ресурсов.

Для проведения исследований была спроектирована и собрана опытно-промышленная установка по переработке нефтешламов (рисунок 1) с учетом результатов показателей компонентного состава нефтяных отходов.

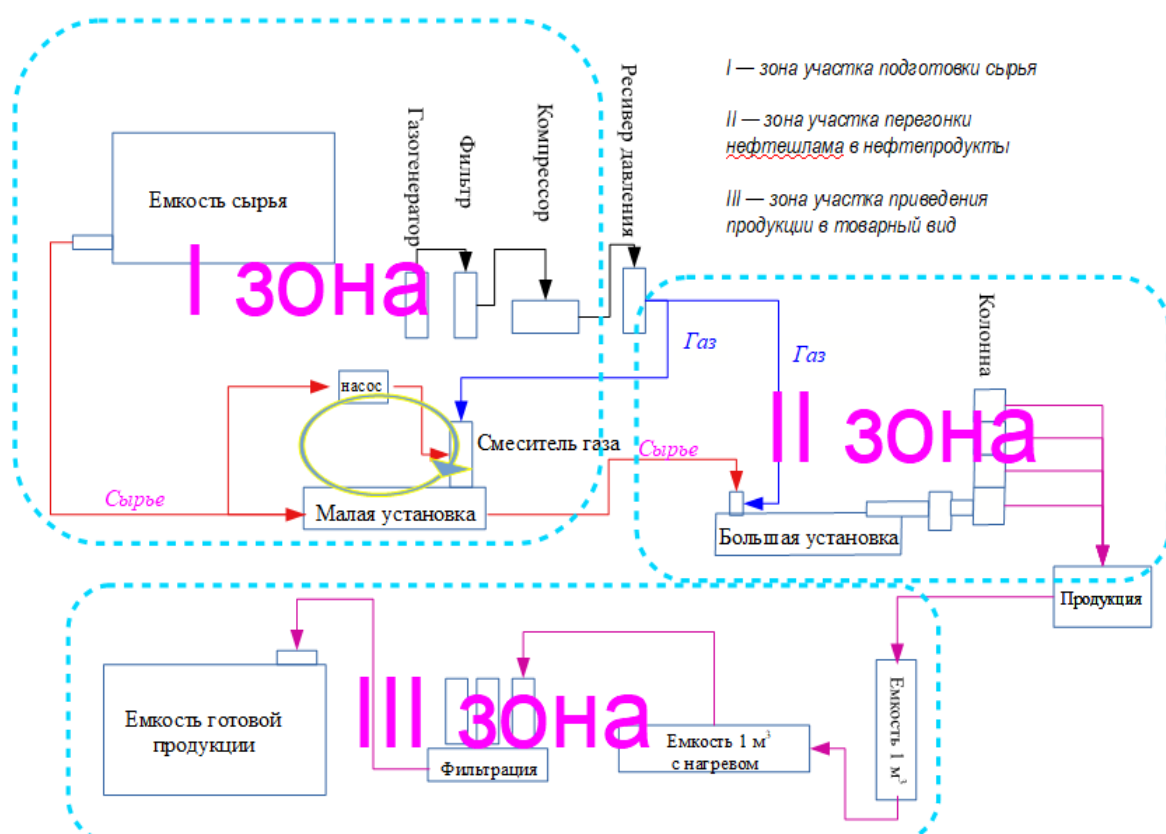


Рисунок 1 – Принципиальная схема технологической линии.

Краткое описание работы установки:

- Сырье с большой емкости перекачивается насосом в установку подготовки сырья.
- После нагрева, очистки, обогащения газом перекачивается дозирующим насосом в установку разделения углеводородного сырья на бензиновые, керосиновые, дизельные фракции и мазут.
- Полученная дизельная фракция отправляется на промывку раствором щелочи. После промывки очищенная продукция отстаивается.
- Промытая продукция перекачивается на вакуумную установку фильтрации топлива на сорбенте.

После очистки на сорбенте дизельное топливо принимает товарный вид и по мере наполнения емкости фильтрационной установки перекачивается в емкость готовой продукции.

**В третьей главе** приведены характеристики исследуемых объектов, рассмотрены основные методики проведенных исследований.

В качестве объектов диссертационного исследования были выбраны крупнотоннажные нефтяные отходы Якутской нефтебазы филиала АО «Саханефтегазсбыт» и полученное углеводородное топливо.

Определение физико-химических показателей осуществляли в соответствии с действующими методиками. Исследования проводились в лаборатории Якутской нефтебазы.

Важным и определяющим фактором в выборе метода переработки и вспомогательного оборудования, является фракционный состав и физико-химические параметры нефтяных отходов.

**В четвертой главе** представлены результаты исследования физико-химических параметров нефтяного сырья и полученного продукта.

#### **Исследование физико-химических свойств нефтяных отходов.**

Провели перегонку нефтяных отходов при атмосферном давлении для выявления фракционного состава.

Давление 1 определения	749	99865,7	Давление 2 определения	749,0	99865,7						
Фракционные данные	1-ое определение $t_{1,0}$ , °С	Потери L	$T_1$ (поправка термометра к давлению)	1-ое определение с учетом поправки $T_{1,0}$ , °С	Показание термометра $t_{1,0}$ , °С, рассчитанное по нечиный результат 1-ого определения	2-ое определение $t_{1,0}$ , °С	Потери L	$T_1$ (поправка термометра к давлению)	2-ое определение с учетом поправки $T_{1,0}$ , °С	Показание термометра $t_{1,0}$ , °С, рассчитанное по нечиный результат 2-ого определения	Средний результат 2-х определений
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	10
t°С н. к.	147,0		0,60	147,6		147,0		0,60	147,6		147,6
220°С	19,0	0,8			19,8	19,0	0,6			19,6	19,7
350°С	68,0	0,8			68,8	68,0	0,6			68,6	68,7
95	404,0		0,96	405,0	403,9	404,0		0,96	405,0	403,9	403,9
5	170,0		0,63	170,6	167,2	172,0		0,63	172,6	169,7	168,4
10	187,0		0,65	187,7	185,1	188,0		0,65	188,7	186,2	185,7
15	201,0		0,67	201,7	199,3	202,0		0,67	202,7	200,9	200,1
20	221,0		0,70	221,7	219,1	221,0		0,70	221,7	219,8	219,5
25	226,0		0,71	226,7	224,8	226,0		0,71	226,7	225,3	225,1
30	244,0		0,73	244,7	243,0	244,0		0,73	244,7	243,4	243,2
35	260,0		0,76	260,8	258,2	260,0		0,76	260,8	258,8	258,5
40	278,0		0,78	278,8	276,2	278,0		0,78	278,8	276,8	276,5
45	296,0		0,81	296,8	294,1	296,0		0,81	296,8	294,7	294,4
50	311,0		0,83	311,8	309,3	311,0		0,83	311,8	309,9	309,6
55	326,0		0,85	326,9	324,6	326,0		0,85	326,9	325,1	324,8
60	336,0		0,86	336,9	335,0	336,0		0,86	336,9	335,4	335,2
65	344,0		0,88	344,9	343,5	344,0		0,88	344,9	343,8	343,7
70	357,0		0,89	357,9	356,3	356,0		0,89	356,9	355,7	356,0
75	370,0		0,91	370,9	369,0	370,0		0,91	370,9	369,4	369,2
80	387,0		0,94	387,9	385,7	387,0		0,94	387,9	386,1	385,9
85	389,0		0,94	389,9	388,5	389,0		0,94	389,9	388,8	388,7
90	397,0		0,95	398,0	397,2	397,0		0,95	398,0	397,4	397,3
t°С к. к.	407,0		0,97	408,0	407,2	407,0		0,97	408,0	407,4	407,3
Выход (R)	98,0					98,0					98
Остаток (O)	Твердый	С.д.				Твердый	С.д.				Твердый
Потери $L=100-(R+O)$	0,8	0,8				0,6	0,6				0,7

Таблица № 1. Результаты перегонки сырья при атмосферном давлении.

По перегонке, результаты которой отражены в таблице № 1, можно судить о содержании достаточно большого количества дизельной фракции, выход от 180 до 360 °С. Основываясь на полученных данных выбрали основной процесс перегонки, а именно ректификацию на установке «УПБВС-500», который был предоставлен организацией ООО «Югресурс» г. Волгоград.

Результаты проведенного испытания (таблица № 2), показали достаточно высокое содержание водной фазы и большое содержание серы в нефтешламах, что определяет необходимость разработки вспомогательного оборудования (установка подготовки сырья и очистки) для получения товарного топлива. После получения результатов испытаний нефтешламов,

выбранное вспомогательное оборудование включили в технологическую линию (поэтапно).

Наименования показателя	Метод испытания	Результаты испытаний
Плотность при 15 <sup>0</sup> С, кг/м <sup>3</sup>	ГОСТ Р 51069-97	887,0
Температура вспышки в закрытом тигле, <sup>0</sup> С	ГОСТ 6356-75	130
Массовая доля серы, мг/кг	ГОСТ 32139-2013	<b>6960</b>
Кинематическая вязкость при 40 <sup>0</sup> С, мм <sup>2</sup> /с	ГОСТ 33-2016	43,4854
Массовая доля механических примесей, %	ГОСТ 6370-83	0,013
Температура застывания, <sup>0</sup> С	ГОСТ 20287-91	Минус 30
Массовое содержание воды, мг/кг	ISO 12937:2000	<b>1629</b>

Таблица №2. Результаты исследования нефтешламов.

### **Исследование физико-химических свойств полученной углеводородной фракции.**

После установки оборудования нами была произведена переработка нефтяных отходов методом ректификации.

Проведенные исследования физико-химических характеристик углеводородных фракций, выделенных из нефтешламов на соответствие требованиям нормативных документов, позволили сделать следующие выводы. Основные характеристики дизельного топлива, такие, как кинематическая вязкость, плотность, температура вспышки соответствуют требованиям ГОСТ по дизельному топливу.

Наименования показателя	Метод испытания	Результаты испытаний
Плотность при 15 <sup>0</sup> С, кг/м <sup>3</sup>	ГОСТ Р 51069-97	851,0
Температура вспышки в закрытом тигле, <sup>0</sup> С	ГОСТ 6356-75	66
Массовая доля серы, мг/кг	ГОСТ 32139-2013	<b>4030</b>
Кинематическая вязкость при 40 <sup>0</sup> С, мм <sup>2</sup> /с	ГОСТ 33-2016	3, 6522
Массовая доля механических примесей, %	ГОСТ 6370-83	0,0012



Температура застывания, °С	ГОСТ 20287-91	Минус 27
Массовое содержание воды, мг/кг	ISO 12937:2000	<b>616</b>

Таблица № 3. Результаты исследования продукции после перегонки.

Кроме того, установлены несоответствия по таким показателям как содержание воды и серы в дизельном топливе.

Одной из задач производства дизельного топлива из нефтяных отходов является глубина очистки от серы и достижение нормы высокого экологического класса в продукции. Нефтеотходы филиала Якутская нефтебаза имеют достаточно большое количество серы (Таблица № 2). Таким образом очистка серы выходит на первый план. После полученных лабораторных данных усовершенствовали очистку серы.

Для улучшения свойств показателей, увеличили температуру на установке подготовки сырья и включили очистку.

С подготовкой сырья (деэмульгирование) и очисткой готового продукта, мы добились результатов входящие в нормы ГОСТов (таблица № 4).

Наименования показателя	Метод испытания	Результаты испытаний
Плотность при 15 <sup>0</sup> С, кг/м <sup>3</sup>	ГОСТ Р 51069-97	831,0
Температура вспышки в закрытом тигле, °С	ГОСТ 6356-75	72
Массовая доля серы, мг/кг	ГОСТ 32139-2013	1920
Кинематическая вязкость при 40 <sup>0</sup> С, мм <sup>2</sup> /с	ГОСТ 33-2016	3,6518
Массовая доля механических примесей, %	ГОСТ 6370-83	0,001
Температура застывания, °С	ГОСТ 20287-91	Минус 24
Массовое содержание воды, мг/кг	ISO 12937:2000	195
Фракционный состав	ГОСТ 2177-99 (метод А)	50% - 275,8 95% - 357,2 360 <sup>0</sup> С – 98,4
Смазывающая способность: скорректированный диаметр пятна износа (wsd 1,4) при 60 <sup>0</sup> С,	ГОСТ ISO 12156-1-2012	421
Цетановое число	ГОСТ 3122-67	48

Коррозия медной пластинки (3 ч при 50 <sup>0</sup> С)	ГОСТ 2160-2015	Выдерживает класс 1
Предельная температура фильтруемости, <sup>0</sup> С	ГОСТ 22254-92	Минус 12

Таблица №4. Результаты исследования готовой продукции.

Чтобы снизить серу в дизельном топливе, начали монтаж системы очистки серы. Сера в продукции заметно снизилась от 4030 до 2260 мг/кг. Эти значения всё ещё превышают нормы ГОСТа. После детального изучения результатов очистки серы в продукции решили внести некоторые дополнения в устройства технологической линии, чтобы результаты очистки серы улучшить до стандартов ГОСТ 305-2013. Настроили подачу водородсодержащего газа в компрессоре газогенератора, на вход и выход на установки подготовки сырья. В итоге показания серы в продукции снизились до стандартов.

Наименование показателя	Нефтяные отходы (сырье)	ДТ (продукт получения)	ДТ после монтажа системы очистки (продукт получения)	ДТ после настройки подачи газа (продукт получения)
Массовая доля серы, мг/кг	6960	4030	2260	1920

Таблица № 5. Результаты исследования содержания серы.

По результатам физико-химических показателей продукции можно сделать вывод, что на укомплектованной технологической линии методом ректификации нефтяных отходов получили дизельное топливо. Произвели сравнительный анализ полученного топлива с ГОСТами, близкими по показателям. По полученным данным показатели продукции наиболее близки к требованиям ГОСТ 305-2013.

Изучив возможности технологической линии и качества сырья, решили, что вполне можем освоить выпуск дизельного топлива марки дизельное топливо летнее по ГОСТ 305-2013. Такая продукция не продается на АЗС, но можно поставлять предприятиям, которые имеют тяжелую

технику, а также для судов и водного транспорта. К сведению: до 2013 года эта марка дизельного топлива считалась самым экологичным топливом в России, пока не вступили в закон экологические требования к топливам, соответствующие европейским стандартам. По данному ГОСТу содержание серы допускается до 2000 мг/кг.

### **Заключение.**

Разработали технологическую линию переработки вторичного сырья, включающую: линию подготовки, переработки, очистки готовой продукции.

Произвели практическую реализацию технологической линии на базе организации ООО «Сахабитум».

Полученное топливо было исследовано в лаборатории Якутской нефтебазы АО «Саханефтегазсбыт» и отнесено по физико-химическим показателям к дизельному топливу летнему ГОСТ 305-2013. Такая продукция не продается на АЗС, но можно поставлять предприятиям, которые имеют тяжелую технику, а также для судов и водного транспорта. К сведению: до 2013 года эта марка дизельного топлива считалась самым экологичным топливом в России, соответствующим европейским стандартам. Тяжелые остатки окислили кислородом воздуха до вязущего продукта, как битум дорожной марки, необходимое в строительстве автодорог Республики Саха (Якутия).

Тем самым разработали экологически безопасную технологию переработки нефтяного вторичного сырья с получением товарного нефтепродукта. Стоит отметить, что качественный и количественный состав продуктов напрямую зависит от исходного сырья. Именно этот фактор в большей степени повлиял на выбор вспомогательного оборудования (участков подготовки и очистки) для получения товарного вида конечного продукта. Полученное дизельное топливо соответствует ГОСТ 305-2013.

Полученный результат может быть использован на нефтеотраслевых предприятиях для создания более эффективной, ресурсовосстанавливающей и экологически безопасной технологии утилизации отходов.