

ЭКСТРАКЦИОННАЯ ОЧИСТКА МАСЕЛ-ПЛАСТИФИКАТОРОВ

*Флисюк О.М., Константинов В.А., Лихачёв И.Г., Борисова Е.И.
Санкт-Петербургский государственный технологический институт
(технический университет), г. Санкт-Петербург*

Ключевые слова: тяжёлый вакуумный газойль, экстракт деасфальтизата, экстракция, канцерогенные полициклоарены, N-метилпирролидон, этиленгликоль.

Аннотация. Выполнено экспериментальное исследование экстракции полициклоаренов из смеси тяжёлого вакуумного газойля и экстракта деасфальтизата в насадочном аппарате. Для проведения процесса экстракции использовался смешанный экстрагент N-метилпирролидон – этиленгликоль. Приведены характеристики экспериментальной установки, методика эксперимента и представлены его результаты. Определены технологические параметры проведения процесса в насадочном экстракторе. Получен продукт, соответствующий требованиям к маслу-пластификатору для шинной промышленности по содержанию канцерогенных полициклических ароматических углеводородов.

PURIFICATION OF PLASTICIZER OILS BY EXTRACTION

*Flissiyk O.M., Konstantinov V.A., Lixachev I.G., Borisova E.I.
Saint-Petersburg State Institute of Technology (Technical University), Saint-Petersburg*

Keywords: heavy vacuum gas oil, deasphalted oil extract, extraction, carcinogenic polycycloarenes, N-methylpyrrolidone, ethylene glycol.

Abstract. Experimental study of the extraction of polycycloarenes from a mixture of heavy vacuum gas oil and deasphalted oil extract in a packed bed column was carried out. Extraction process was performed using a mixed solvent N-methylpyrrolidone/ethylene glycol. The characteristics of the experimental apparatus, the experimental technique and the results of the experiment are presented. The technological parameters of the process in the packed bed extractor were determined. The obtained product meets the requirements for a plasticizer oil for use in the tire industry in terms of carcinogenic polycyclic aromatic hydrocarbons content.

Для шинной промышленности актуальной является проблема получения экологически чистых масел-пластификаторов, в которых допустимое содержанию суммы восьми канцерогенных полициклоаренов должно быть не более 10 мг/кг, в том числе бензо(а)пирена – не более 1 мг/кг. Для получения, масел-пластификаторов, удовлетворяющих этим требованиям, используют процесс экстракции различными экстрагентами [1-3].

В работах [4, 5] предлагается использовать для очистки масел от полициклоаренов процесс экстракции, в котором в качестве экстрагента применяется смешанный экстрагент N-метилпирролидон – этиленгликоль в массовом соотношении 9:1. Исследования проводились с использованием термостатированных воронок по схеме, моделирующей процесс противоточной экстракции.

Для реализации процесса экстракционной очистки от канцерогенных полициклоаренов смешанным растворителем N-метилпирролидон – этиленгликоль в промышленном масштабе проведено исследование на пилотной

установке на основе противоточного насадочного экстрактора со следующими параметрами: диаметр аппарата – 57 мм, общая высота – 1500 мм, высота насадочной части 800 мм, высота верхней отстойной зоны 260 мм, насадка – керамические кольца Рашига 6x5x1 мм.

Исходным сырьем на пилотной установке являлась смесь экстракта деасфальтизата Ферганского НПЗ с тяжёлым вакуумным газойлем нафтоароматической нефти. Анализ их характеристик, выполненный на основе данных приведенных в работе [4] показал, что суммарное содержание восьми канцерогенных ПАУ в экстракте деасфальтизата превышает допустимое значение 10 мг/кг. В тяжёлом вакуумном газойле южноузбекских нефтей превышен не только этот показатель, но и допустимая норма 1 мг/кг содержания наиболее опасного бензо(а)пирена.

Для определения технологических параметров процесса экстракции была проведена серия экспериментов на пилотной установке со смесью тяжелого вакуумного газойля, экстракта деасфальтизата и бензиновой фракции в массовом соотношении 1:1:0,8. Экстрагент был подготовлен в виде смеси N-метилпирролидона с этиленгликолем в массовом соотношении 9:1.

На основании данных, приведенных в работах [4,5] расход экстрагента определялся из массового соотношения экстрагента к сырью 0,7:1.

После выхода на стационарный режим, (это контролировалось по постоянству показателей преломления n_D^{50} равновесных фаз) сверху экстрактора отбирали рафинатную фазу, а снизу – экстрактную фазу и определяли их массы.

Из экстрактной фазы атмосферной перегонкой отгоняли бензиновую фракцию и определяли ее массу, затем вакуумной ректификацией на АРН, при температуре в кубе не более 280 °С отгоняли балансовое количество экстрагентов от экстракта.

В результате экспериментов на пилотной установке определён режим работы экстрактора.

Параметры работы приведены в таблице 1.

Табл. 1. Параметры работы экстрактора

Показатель	Значение
1. Температура в верху экстрактора, °С	55
2. Температура в низу экстрактора, °С	45
3. Расход экстрагента, дм ³ /ч	0,65
4. Расход сырья, дм ³ /ч	1,02
5. Расход бензиновой фракции, дм ³ /ч	0,58

Получены следующие результаты:

масса наработанного продукта, очищенного масла – мягчителя, для проведения испытаний при производстве автомобильных шин 14,8 кг;

– выход продукта по отношению к сырью составляет 85 %;

– продукт, полученный экстракционной очисткой сырья на пилотной установке, удовлетворяет требованиям к маслу-пластификатору по содержанию бензо(а)пирена и 8 канцерогенным полициклоаренам.

Результаты анализа продукта приведены в таблице 2.

Табл. 2. Характеристика рафината

Показатель	Значение
1. Плотность при 20 °С, кг/м ³	941
2. Вязкость кинематическая при 40 °С, мм ² /с	1321,4
3. Вязкость кинематическая при 100 °С, мм ² /с	20,14
4. Показатель преломления при 20°С	1,5249
5. ВВК (ASTM 2140)	0,870
6. С _А , % (ASTM 2140)	22,7
7. С _Н , % (ASTM 2140)	26,3
8. С _Р , % (ASTM 2140)	51,0
9. Температура вспышки ОТ, °С	264
10. Анилиновая точка, °С	79,0
11. ПЦА, %	2,8
12. Сера, %	2,457
13. Температура текучести, °С	39
14. Массовая доля воды, %	0,005

Список литературы

1. Патент №2279466 РФ. Способ селективной очистки масляных фракций нефти от полициклических ароматических соединений / Ходов Н. В., Куимов А.Ф., Долинский Т.И. – № 2005107145/04; заявл. 14.03.2005, опубл. 10.07.2006, Бюл. № 19.
2. Патент №2520096 РФ. Способ получения неканцерогенного ароматического технологического масла / Цебулаев В.А., Ходов Н.В., Куимов А.Ф. – № 2013119030/04; заявл. 23.04.2013; опубл. 20.06.2014, Бюл. №17.
3. Патент №2550823 РФ. Способ получения неканцерогенного ароматического технологического масла / Волков А.Н., Мазурин О.А. – №2014120341/04; заявл. 21.05.2014; опубл. 20.05.2015, Бюл. № 14.
4. Гайле А.А., Клементьев В.Н., Большакова А.Р. Получение экологически чистых пластификаторов каучука и резины экстракционной очистки ароматических концентратов от канцерогенных компонентов смесями N –метилпирролидона с различным содержанием этиленгликоля // Известия СПбГТИ(ТУ). 2020. №52. С. 81-86.
5. Гайле А.А., Клементьев В.Н., Щепалов А.А., Дёмина А.Ю. Экстракционная очистка смеси тяжёлого вакуумного газойля и экстракта деасфальтизата от канцерогенных углеводородов смешанным экстрагентом N-метилпирролидон – этиленгликоль // Известия СПбГТИ(ТУ). 2020. №53. С. 57-60.

Сведения об авторах:

Флисюк Олег Михайлович – д.т.н., профессор, заведующий кафедрой процессов и аппаратов, СПбГТИ(ТУ), Санкт-Петербург;

Константинов Валерий Анатольевич – к.т.н., доцент, доцент кафедры процессов и аппаратов, СПбГТИ(ТУ), Санкт-Петербург;

Лихачев Илья Григорьевич – к.т.н., старший научный сотрудник, доцент кафедры процессов и аппаратов, СПбГТИ(ТУ), Санкт-Петербург;

Борисова Екатерина Игоревна – к.т.н., доцент, доцент кафедры процессов и аппаратов, СПбГТИ(ТУ), Санкт-Петербург.