

В ходе выполнения проекта по Соглашению о предоставлении субсидии от 8 августа 2014 г. № 14.607.21.0051 с Минобрнауки России в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы» по теме «Разработка основ комплексной технологии каталитической переработки нетрадиционной нефти керогенсодержащих пород в жидкие углеводороды» на этапе № 3 в период с 01.07.2015 г. по 31.12.2015 г. были выполнены работы, согласно Плану-графику выполнения обязательств и получены следующие основные результаты:

1. Проведены экспериментальные исследования влияния модификаторов и каталитических добавок в сочетании с ультразвуковым и электромагнитным воздействием для оптимизации процесса получения синтетической нефти. Установлено, что

- максимальная конверсия керогена (более 90%) достигается в случае использования активированной углеводородной среды при температурах от 450 до 500 °С и давлении водорода 7 – 10 МПа

- эффективность модификаторов по сравнению с эффективностью каталитических добавок низка. Использование водорастворимых модификаторов приводит к образованию большого количества газообразных продуктов, большей степени ненасыщенности, и более низкой степени обессеривания, чем применение маслорастворимых добавок. Наибольший эффект наблюдается при использовании комплексной каталитической добавки содержащей нафтенат кобальта и ацетилацетонат молибдена.

- использование толуола при проведении гидробработки благоприятно сказывается при температуре до 450 °С в сочетании с нафтенатом кобальта и ацетилацетонатом молибдена в расчете 1% на смесь сланца и газойля.

Таким образом, оптимальными условиями, обеспечивающими максимальный выход жидких продуктов (до 70%), высокую долю бензина и среднестиллятных фракций (до 25%), содержание серы не более 7500 ppm, низкую степень ненасыщенности получаемого продукта (Н/С до 1,89) являются:

- проведение процесса в среде вакуумного газойля, подвергнутого волновому воздействию;
- температура 450 °С,
- давление водорода 7 МПа,
- концентрация каталитической добавки (нафтенат кобальта или нафтенат кобальта + ацетилацетонат молибдена) – 1% от массы загружаемого сырья.

2. Нарботаны 10 образцов синтетической нефти по 20 г каждый. Нарботка образцов синтетической нефти проводилась согласно разработанному на 2-ом этапе «Лабораторному регламенту технологии каталитической переработки «нетрадиционной»

нефти керогенсодержащих пород в жидкие углеводороды» (стадии ТП1 – ТП2) с использованием водорастворимых модификаторов (оксалат кобальта и тетрамолибдат аммония) и маслорастворимых каталитических добавок (ацетилацетонат молибдена и нафтенат кобальта).

3. Разработана методика исследования углеводородного и химического состава синтетической нефти, включающая определение основных параметров, характеризующих качество синтетической нефти (плотность, кинематическая и динамическая вязкость); исследование химического состава синтетической нефти (элементный анализ - C,H,S,N, содержание общей серы рентгенофлуоресцентным методом), определение содержания воды; анализ углеводородного состава синтетической нефти (анализ фракционного состава нефти методом имитированной дистилляции, анализ группового состава, подразумевающий определение содержания непредельных углеводородов с помощью бромных чисел и оценку содержания ароматических углеводородов и парафинов методом ЯМР-спектроскопии).
4. На основании проведенных экспериментальных исследований по оптимизации процесса гидро- и окислительного облагораживания сланцевой нефти можно сделать вывод о том, что наилучших результатов удастся добиться при давлении водорода 8 МПа, а оптимальная температура проведения процесса гидрокрекинга зависит от условий получения образцов сланцевой нефти. Так, лучшие результаты гидрооблагораживания сланцевой нефти, полученной с использованием в качестве углеводородной среды смеси активированного путем волнового воздействия вакуумного газойля и толуола, и сланцевой нефти, полученной путем высокотемпературной гидрообработки с использованием в качестве углеводородной среды не подвергнутого волновому воздействию вакуумного газойля, удастся достичь при 450 °С, а процесс гидрооблагораживания сырья, полученного при использовании на стадии гидрообработки активированного газойля – при 380-400 °С. При этом суммарный выход среднедистиллятной и бензиновой фракций достигает 90 %, а содержание серы снижается до величины <10000 ppm. При проведении гидрооблагораживания в проточном реакторе оптимальная скорость подачи сырья 1-2,5 ч<sup>-1</sup>.

Максимальная степень удаления сернистых соединений (81%) в процессе окислительного обессеривания достигается при применении каталитической системы пероксид водорода : сера : ацетон : молибден : ТЭБАБ в мольном соотношении 800:200:40:1:0,2 за 6 часов при 50 °С. По результатам проведенных исследований

подготовлена патентная заявка «Способ обессеривания сланцевой нефти и каталитическая окислительная композиция для обессеривания сланцевой нефти».

5. Выполнены работы по обоснованию, выбору и приобретению аналитического оборудования и комплектующих, необходимых для исследования углеводородного и химического состава синтетической нефти по разработанной методике. В результате проделанной работы выбраны и приобретены узел редуцирования Watts (3 шт.); предохранительный клапан Valtec VT 1831 (3шт.), раздаточный коллектор Emmeti (6 шт.), вентиль регулировочный Valtec VT.052.N (14 шт.) и панель лицевая ПЛ-150/200-2 (1 шт. Общая стоимость приобретенных комплектующих 200 000 руб. Указанное регулировочное оборудование будет использовано для обеспечения возможности одновременной работы нескольких газо-жидкостных хроматографов (используются для ГЖХ-анализа фракционного состава синтетической нефти методом имитированной дистилляции) от одного источника рабочего газа, одного генератора водорода и одного воздушного компрессора, что позволяет использовать последние с наибольшей эффективностью.

Задачи, поставленные на третьем этапе, выполнены полностью, полученные результаты являются новыми.

Опубликованы три статьи в высокорейтинговых журналах и подготовлена патентная заявка.

Комиссия Минобрнауки России признала обязательства по Соглашению на отчетном этапе исполненными надлежащим образом (Акт №3 от 29.02.2016)