

减压深拔减五线生产微晶蜡的工艺研究及应用

吴灵燕, 郭玉华, 张 伟, 张晓岚

(中国石油玉门油田分公司炼化总厂, 甘肃 玉门 735200)

摘 要: 对减压深拔减五线经酮苯脱蜡脱油、白土精制生产微晶蜡的工艺进行了研究和工业应用。结果表明生产过程操作平稳, 过滤速度较快, 脱蜡油和粗蜡的平均收率可达到 78.24%。微晶蜡产品质量符合 SH/T 0013—1999 标准要求。

关键词: 减五线; 酮苯脱蜡; 微晶蜡

文章编号: 1006-5539(2008)03-0045-03

文献标识码: A

0 前言

微晶蜡, 又名地蜡, 是由原油重质馏分油或渣油经过溶剂脱蜡、脱油及白土(加氢)精制后得到的一种淡黄色或白色固态烃类混合物。微晶蜡以其独特的物理化学性质, 广泛应用于润滑脂稠化、石蜡改性、日用化工、医药、造纸、食品等行业, 市场前景十分广阔。为提高微晶蜡产量, 增加经济效益, 我们对以常减压蒸馏装置减压深拔减五线为原料生产微晶蜡的可行性进行了探索, 并对其加工工艺进行了研究及工业试生产。试生产结果表明, 以中国石油玉门油田分公司炼化总厂(以下简称玉炼)减压深拔减五线为原料经酮苯脱蜡脱油、白土精制可以生产出符合 SH/T 0013—1999 标准的 70 微晶蜡产品, 生产操作过程平稳, 酮苯脱蜡脱油过程过滤速度较快, 脱蜡油和粗蜡的平均综合收率可达到 78.24%。

1 实验

1.1 脱蜡脱油实验

实验室中进行连续的溶剂脱蜡脱油过程既复杂又困难, 因此采用了关键单元的间歇式脱蜡过程。具体的实验步骤如下: 称取 200 m 减五线油, 加热至融化, 搅拌, 以一定的速度冷却; 在不同温度下加入与油温相同的冷点稀释溶剂; 继续冷却, 搅拌, 加入一、二次稀释溶剂; 当混合液的温度冷却到过滤温

度时在 500~600 mmHg 的真空度下用抽滤瓶过滤, 测定过滤的速度; 对得到的滤液加热蒸馏, 氮气汽提, 得到脱蜡油, 测定脱蜡油的凝点及收率; 在得到的蜡膏中加入溶剂、搅拌脱油, 过滤, 对得到的蜡和溶剂的混合物进行蒸馏, 氮气汽提, 测定蜡的收率及其性质。

实验条件:

原料: 减五线油 200 m;

冷却速度: 2~3℃/min;

冷点稀释比: 0.8:1(V);

一次溶剂温度: 10℃;

一次稀释比: 1.2:1(V);

二次溶剂温度: -20℃;

二次稀释比: 1.0:1(V);

过滤温度: -20℃;

过滤面积: 176.6 m²;

真空度: 550 mmHg

1.2 白土精制实验

称取定量 1.1 得到的蜡样, 氮气保护, 加热, 加入一定量的白土, 在规定的温度下搅拌 30 min 之后过滤, 测定其颜色及其它的性质。

2 实验结果与讨论

2.1 减五线油的性质

减五线油是玉炼常减压装置采用深拔技术后加

收稿日期: 2007-07-09

作者简介: 吴灵燕(1977-)女(锡伯族)工程师, 学士, 主要从事炼油新工艺的研究与应用工作。电话: (0937)

3935917

©1994-2017 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

工生产的重质馏分油, 为了解原料的组成, 我们首先 对其性质进行了分析, 分析结果见表 1。

表 1 减五线油性性质

项 目	密度 / $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	粘度 100°C / $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	凝点 / $^{\circ}\text{C}$	闪点 / $^{\circ}\text{C}$	蜡含量 / $(\text{m}\%)$	馏程 $^{\circ}\text{C}$			
						10%	50%	90%	95%
数据	903.6	14.94	48	268	24.3	49.1	51.0	53.6	54.2
实验方法	GB/T 1884	GB/T 265	GB/T 510	GB/T 3536	吸附法	SH/T 9168			

从表 1 分析结果可知, 减压深拔后减五线油蜡含量较高, 同时具有 10%馏程较高的特点, 因此以该原料油为原料可以生产出具有较高熔点的蜡产品, 可以作为生产微晶蜡的原料。

2.2 酮苯脱蜡脱油工艺考察

影响酮苯脱蜡脱油的因素较多, 主要包括溶剂组成、冷却速度、溶剂稀释方式、溶剂比大小、助滤剂、脱油温度、脱油溶剂比大小等多个方面^[1]。在本次实验中我们主要考察了溶剂组成、一次溶剂加入温度以及脱油温度、溶剂比对粗蜡收率及其性质

的影响。

2.2.1 溶剂组成对过滤速度及脱蜡油收率的影响
酮苯脱蜡所用的溶剂为丁酮—甲苯的混合物。溶剂的组成对脱蜡的过滤速度和油的收率有较大的影响。理想的溶剂组成应当是在一定的溶剂比条件下, 溶液的分相温度比过滤温度低 $1 \sim 2^{\circ}\text{C}$ ^[2]。为了确定该原料合适的溶剂组成, 我们在其它实验条件不变的情况下, 调整溶剂的丁酮—甲苯比例, 考察其对过滤速度和脱蜡油收率变化的影响。实验结果如表 2。

表 2 溶剂组成对过滤速度及脱蜡油收率的影响

溶剂组成(丁酮-甲苯)	50:50	55:45	60:40	65:35	70:30
过滤速度 / $\text{kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$	1 388.23	1 465.32	1 532.20	1 572.54	1 543.21
相对滤速 / $(\%)$	100	105.5	110.4	113.3	111.2
脱蜡油凝点 $^{\circ}\text{C}$	-12	-12	-13	-13	-14
脱蜡油收率 / $(\%)$ (m/m)	69.85	68.83	68.32	65.28	63.20

从表 2 可以看出增加溶剂中的酮含量, 提高了溶剂的选择性, 过滤速度增加, 脱蜡温差减小, 但与此同时, 随着酮含量的增加, 溶剂的溶解能力下降, 油收率也显著下降。为了保证较高的油收率, 我们确定的溶剂组成为丁酮—甲苯比例 $(V)=60:40$ 。

2.2.2 冷点稀释溶剂温度对过滤速度及脱蜡油收率的影响

稀释条件对于提高过滤速度, 增加脱蜡油的收率有着非常重要的影响。目前酮苯脱蜡过程中普遍采用了冷点稀释工艺, 应用该工艺蜡结晶含油少, 过滤速度快, 油收率也有所增加, 同时蜡膏中的含油量也有减少。我们对该原料油的冷点稀释工艺中冷点稀释溶剂加入温度与过滤速度及脱蜡油收率之间的关系进行了考察, 实验结果如表 3。

多点稀释工艺是酮苯脱蜡过程的关键。合适的

表 3 冷点稀释溶剂温度对过滤速度及脱蜡油收率的影响

冷点稀释溶剂加入温度 $^{\circ}\text{C}$	20	25	30	40	50
过滤速度 / $\text{kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$	1 412.24	1 482.16	1 477.90	1 190.31	1 004.32
相对滤速 / $(\%)$ *	140.6	142.6	147.2	118.5	100
脱蜡油凝点 $^{\circ}\text{C}$	-13	-12	-12	-13	-12
脱蜡油收率 / $(\%)$ (m/m)	66.86	66.48	67.33	67.42	67.34

注 *: 相对滤速 = 该条件下的过滤速度 / 50°C 时的过滤速度。

从表 3 可知, 过滤速度随着冷点稀释溶剂的加入温度升高而降低, 而脱蜡油的收率随着冷点稀释溶剂加入温度的下降略有下降。其主要原因是溶剂加入的越早, 蜡在结晶过程中所包含的油越少。冷点稀释溶剂加入温度为 30°C , 脱蜡过程具有较高的

过滤速度, 脱蜡油的收率也较高。

2.2.3 脱油溶剂比 对及蜡收率及其性质的影响
溶剂脱蜡得到的蜡膏中含油量为 $13.28\% (\text{m/m})$ 。

在含有 $33.45 \text{ m}\%$ 溶剂的蜡膏中加入一定量的

溶剂,保持脱油温度为 10℃,考察了脱油溶剂比的大小与蜡的收率及其性质的关系,实验结果见表 4。

表 4 溶剂比对含油量及蜡收率的影响

溶剂比/(V)	0.5	1	1.5	2.0
蜡收率/(%)	21.00	17.83	17.04	16.57
蜡含油量/(%)	2.36	1.37	1.32	1.20
滴熔点/℃	64.2	66.2	69.6	71.8

从表 4 可以看出溶剂比增加,蜡的收率减少,滴熔点增加。当溶剂比大于 1 时,脱油蜡的含油量没有较大的变化。溶剂比为 1 时可以满足微晶蜡对蜡中含油量要求,但是滴熔点还较小,不能达到要求。溶剂比为 1.5 时,滴熔点、含油量都可以满足微晶蜡的要求,同时蜡的收率也较高。

2.2.4 脱油温度对蜡收率及其性质的影响

在含有溶剂的蜡膏中加入一定量的溶剂,考察了脱油温度对蜡收率及其性质的关系的影响。实验结果见表 5。

表 5 脱油温度对含油量及蜡收率的影响

脱油温度/℃	5	10	12	15
蜡收率/(%)	22.26	17.04	15.03	14.10
蜡含油量/(%)	3.08	1.32	0.68	0.51
滴熔点/℃	66.4	69.6	71.6	72.3

从表 5 可以看出,溶剂比(V)在 1.5:1 时,随着脱油温度的升高,脱油蜡的收率下降,当温度在 5~12℃时,蜡的收率下降很快,同时含油量也在降低。

2.3 白土精制

减五线原料油经过溶剂脱蜡脱油,蜡样的含油量和滴熔点达到了微晶蜡的技术要求,但是颜色为 3.0。还需经过白土对其进行精制其它指标才能符合要求,实验室中考察了白土加入量的大小对其精制效果的影响,实验结果见表 6。

表 6 白土精制前后微晶蜡颜色变化

实验编号	1#	2#	3#	4#
白土加入量/(%)	2	3	4	5
精制后颜色/号	0.40	0.30	0.20	0.20
收率/(%)	94.6	93.6	93.2	91.3

从表 6 的实验结果可以看出,精制后蜡的颜色随着白土加入量增加而减少,当白土加入量 2%时,精制后的微晶蜡颜色 0.40。

2.4 微晶蜡样品的性质

按照微晶蜡 SH/T 0013—1999 标准,我们对实验室制取的微晶蜡样品性质进行了测定,结果见表 7。从结果可以看出,其性质满足 70 微晶蜡(一级品)的技术要求。

表 7 微晶蜡样品的性质

项目	样品性质	70 微晶蜡质量指标	试验方法
滴熔点/℃	71.8	不低于 67 低于 72	GB/T 8026
蜡含油量/(%)	0.65	不大于 3	SH/T 0638
颜色/号	0.30	不大于 2.5	GB/T 6540
针入度(25℃,100 g)/ 10 mm ⁻¹	8	不大于 30	GB/T 4985
运动粘度(100℃)/ mm ² ·s ⁻¹	6.60	不小于 6	GB/T 265
水溶性酸碱	无	无	SH/T 0407

3 微晶蜡的工业生产情况

经过认真充分准备,以减压深拔减五线为原料生产微晶蜡的工业实验于 2003 年初在玉炼 30×10⁴ t/a 酮苯脱蜡脱油装置上进行。

酮苯脱蜡脱油过程生产工艺条件见表 8。微晶蜡白土精制的工艺条件见表 9。工业产品的性质分析见表 10。

表 8 酮苯脱蜡脱油生产工艺条件

项目	脱蜡段	脱油一段	脱油二段
溶剂组成	58:42	58:42	58:42
冷点稀释比/ 冷点稀释温度	0.731/20℃		
一次稀释比/ 一次稀释温度	0.842/—10℃	0.9/10℃	1.1/12℃
二次稀释比/ 二次稀释温度	0.894/—20℃		
冷洗比/冷洗温度	0.842/—20℃	0.56/10℃	0.52/12℃
过滤温度/℃	—20	10	12
过滤速度(相对原料)/ kg·m ⁻² ·h ⁻¹	84	68.1	49.4

表 9 微晶蜡白土精制工艺条件

项目	白土加入量/(%)	精制温度/℃
数值	3	120

(上接第 47页)

表 10 工业生产微晶蜡的性质分析

项 目	性质	70 微晶蜡 质量指标	试验方法
滴熔点 /℃	69.5	不低于 67 低于 72	GB/T 8026
蜡含油量 /(m%)	1.04	不大于 3	SH/T 0638
颜色 /号	0.75	不大于 2.5	GB/T 6540
针入度, (25℃, 100 g) / 10 mm ⁻¹	10.5	不大于 30	GB/T 4985
(35℃, 100 g) / 10 mm ⁻¹	19.5	报告	
运动粘度 (100℃) / mm ² · s ⁻¹	6.03	不小于 6	GB/T 265
水溶性酸碱	无	无	SH/T 0407
密度 /kg · m ⁻³	822.8	报告	GB/T 1884

工业试生产结果表明,以减压深拔减五线为原料经酮苯脱蜡脱油、白土精制生产的微晶蜡产品完全符合 70 微晶蜡 (一级品)的质量指标要求,生产操作过程平稳,酮苯脱蜡脱油过程过滤速度较快,油

蜡收率最高可达到 84.28%,脱蜡油的平均收率 63.20%,蜡平均收率 15.04%,平均油蜡综合收率为 78.24%,共计生产 70 微晶蜡 664 ,^t为企业创造了较好的经济效益。

4 结 论

^a以玉炼减压深拔减五线为原料可以生产符合 SH/T0013—1999 标准要求的 70 微晶蜡产品。

^b生产操作过程平稳,酮苯脱蜡脱油过程过滤速度较快,脱蜡油收率 63.20%,蜡收率 15.04%,油蜡综合收率较高,达到了 78.24%。

参考文献:

[1] 林世雄.石油炼制工程(第三版)[M].北京:石油工业出版社,2000 580-591.
[2] 梁文杰.石油化学[M].北京:石油大学出版社,1993 436-443