

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2005117791/04, 12.12.2003

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
12.12.2003(30) Конвенционный приоритет:
20.12.2002 IT MI2002A 002713
08.04.2003 IT MI2003A 000693

(43) Дата публикации заявки: 27.02.2006

(45) Опубликовано: 20.04.2009 Бюл. № 11

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: US 5242578 A, 07.09.1993. US 4640762 A,
03.02.1987. US 5932090 A, 03.08.1999. RU
2174534 C2, 10.10.2001.(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную
фазу: 20.07.2005(86) Заявка РСТ:
EP 03/14544 (12.12.2003)(87) Публикация РСТ:
WO 2004/056946 (08.07.2004)Адрес для переписки:
191036, Санкт-Петербург, а/я 24,
"НЕВИНПАТ", пат.пов. А.В.Поликарпову

(72) Автор(ы):

МОНТАНАРИ Ромоло (ИТ),
МАРКЬОННА Марио (ИТ),
ПАНАРИТИ Николетта (ИТ),
ДЕЛЬБЬЯНКО Альберто (ИТ),
РОЗИ Серджо (ИТ)

(73) Патентообладатель(и):

Эни С.п.А. (ИТ),
Снампроджетти С.п.А. (ИТ),
Энитекнолодже С.п.А. (ИТ)(54) СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ ТЯЖЕЛОГО СЫРЬЯ, ТАКОГО КАК ТЯЖЕЛАЯ СЫРАЯ НЕФТЬ
И КУБОВЫЕ ОСТАТКИ

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу переработки тяжелого сырья, включающему следующие стадии: смешивание по меньшей мере части тяжелого сырья (1b) и по меньшей мере большей части потока, содержащего асфальтены, полученные в установке деасфальтизации, или по меньшей мере большей части потока, содержащего асфальтены, с подходящим катализатором гидрогенизации, и подачу полученной смеси в реактор гидрообработки (ГО), в который загружают водород или смесь водорода и H_2S ;

подачу потока, содержащего продукты реакции гидрообработки и катализатор, находящийся в дисперсной фазе, на одну или более стадию (II) перегонки или мгновенного испарения, посредством чего отделяют различные фракции, полученные при гидрообработке; рециркуляцию по меньшей мере части кубового остатка (гудрона) или отводимой из установки для мгновенного испарения жидкости, содержащих катализатор в дисперсной фазе, обогащенной сульфидами металлов, получаемыми при демееталлировании сырья, и, возможно, коксом, в присутствии

растворителей в зону деасфальтизации (СДА), в которую также, возможно, подают по меньшей мере часть тяжелого сырья (1а), при этом получают два потока, один из которых состоит из деасфальтированного нефтепродукта (ДАН), а другой содержит асфальтены; часть потока, содержащего асфальтены, отводимого из секции

деасфальтизации (СДА) и называемого промывочным потоком, направляют в секцию обработки подходящим растворителем для разделения продукта на твердую фракцию и жидкую фракцию, из которой затем может быть удален указанный растворитель. 35 з.п. ф-лы, 8 табл., 1 ил.

RU 2 3 5 2 6 1 6 C 2

RU 2 3 5 2 6 1 6 C 2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: **2005117791/04**, **12.12.2003**

(24) Effective date for property rights:
12.12.2003

(30) Priority:
20.12.2002 IT MI2002A 002713
08.04.2003 IT MI2003A 000693

(43) Application published: **27.02.2006**

(45) Date of publication: **20.04.2009 Bull. 11**

(85) Commencement of national phase: **20.07.2005**

(86) PCT application:
EP 03/14544 (12.12.2003)

(87) PCT publication:
WO 2004/056946 (08.07.2004)

Mail address:
**191036, Sankt-Peterburg, a/ja 24, "NEVINPAT",
pat.pov. A.V.Polikarpovu**

(72) Inventor(s):

**MONTANARI Romolo (IT),
MARK'ONNA Mario (IT),
PANARITI Nikoletta (IT),
DEL'B'JaNKO Al'berto (IT),
ROZI Serdzhо (IT)**

(73) Proprietor(s):

**Ehni S.p.A. (IT),
Snamprodzhetti S.p.A. (IT),
Ehniteknolodzhe S.p.A. (IT)**

(54) METHOD FOR PROCESSING OF HEAVY CHARGE, SUCH AS HEAVY BASE OIL AND STILLAGE BOTTOMS

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: method for processing of heavy charge involves the stages as follows: of heavy charge (1b) at least partially at least bulk flow containing alphasenes prepared in the deasphalting plant, or at least bulk flow containing alphasenes with the appropriate hydrogenation catalyst, and supplying of the prepared mixture to the hydrotreating (HT) reactor with hydrogen or mixed hydrogen and H₂S loaded thereto; supplying of the flow containing hydrotreating product and the catalyst in dispersed phase to one or more distillation (D) or flash evaporation stages, thereby various fractions resulted from hydrotreating are separated; at least partial recycling of stillage

bottom (goudron) or liquid delivered from the flash evaporation unit, containing the catalyst in dispersed phase enriched by metal sulphides resulted from charge demetallation, and possibly, coke with solvents added to the deasphalting module (DAM) whereto heavy charge (1a) is supplied at least partially to make two flows one consisting of deasphalted oil (DAO) and another containing alphasenes; the flow portion containing alphasenes is removed from the deasphalting module (DAM) and called a flushing flow is delivered to the processing module with using appropriate solvent to divide the product into solid fraction and liquid fraction with the specified solvent to be removed therefrom.

EFFECT: method enhancement, cost reduction.

36 cl, 6 ex, 8 tbl, 1 dwg

Настоящее изобретение относится к способу переработки тяжелого сырья, которое включает тяжелые сырые нефти, битумы, получаемые из нефтеносных песков, кубовые остатки и различные виды углей, при помощи трех основных технологических установок: установки гидроконверсии сырья с использованием катализаторов, находящихся в дисперсной фазе, а также установки перегонки и установки деасфальтизации, присоединенных соответствующим образом, в которые загружают смешанные потоки сырья, состоящего из свежего сырья и продуктов превращения, при этом к указанным трем основным установкам присоединяют установку для обработки промывочного потока, поступающего из установки деасфальтизации, для того чтобы снизить концентрации содержащихся в нем компонентов, в большей степени улучшить качество сырья, превращая его в нефтепродукты, и для рецикла по меньшей мере части выделяемого катализатора в реактор гидрообработки.

Переработку тяжелых сырых нефтей, битумов, получаемых из нефтеносных песков, и нефтяных остатков в жидкие продукты можно по существу осуществлять посредством двух способов: один из них является исключительно термической обработкой, а другой осуществляют при помощи гидрогенизационной обработки.

В настоящее время исследования в основном нацелены на гидрогенизационную обработку, поскольку при термической обработке возникают проблемы, связанные с утилизацией побочных продуктов, в частности кокса (пека) (к тому же получаемого в количествах, превышающих 30 мас.% в расчете на общую массу сырья), а также с неудовлетворительным качеством продуктов, получаемых при термической обработке.

Гидрогенизационные способы заключаются в обработке сырья в присутствии водорода и подходящих катализаторов.

Имеющиеся в настоящее время на рынке методики гидроконверсии осуществляют в реакторах с неподвижным слоем катализатора или с кипящим (псевдоожиженным) слоем катализатора, обычно при использовании катализаторов, состоящих из одного или более переходного металла (Mo, W, Ni, Co и т.д.) на носителе из диоксида кремния/оксида алюминия (или эквивалентного материала).

При использовании способов, осуществляемых в неподвижном слое катализатора, возникают значительные трудности при обработке особо тяжелого сырья с высоким содержанием гетероатомов, металлов и асфальтенов, поскольку указанные примеси вызывают быструю дезактивацию катализатора.

Для обработки указанного сырья были разработаны и внедрены способы, осуществляемые в кипящем (псевдоожиженном) слое катализатора; эти способы обеспечивают хорошие рабочие характеристики, но являются сложными и дорогостоящими.

Проблемы, возникающие при применении реакторов с неподвижным или кипящим (псевдоожиженным) слоем катализатора, могут быть с успехом решены при помощи способов гидрообработки с использованием катализаторов, находящихся в дисперсной фазе. Фактически в суспензионных процессах сочетаются гибкость в обработке широкого спектра сырья и ее высокая эффективность с точки зрения конверсии и высокого качества продукции, что в принципе делает эти процессы более простыми с точки зрения технологии.

Суспензионные технологии характеризуются наличием частиц катализатора, имеющих очень малые средние размеры и равномерно диспергированных в реакционной среде; по этой причине процессы гидрогенизации осуществляются с

большой легкостью и более эффективно во всех точках реактора. Также может быть значительно снижено коксообразование, а степень облагораживания сырья является высокой.

Катализатор может быть введен в виде порошка с очень малыми размерами частиц или в виде растворимого в нефти предшественника. В последнем случае активная форма катализатора (обычно сульфид металла) образуется *in situ* при термическом разложении используемого соединения во время проведения самой реакции или после соответствующей предварительной обработки.

Металлические составляющие диспергированных катализаторов обычно представляют собой один или более переходных металлов (предпочтительно Mo, W, Ni, Co или Ru). Молибден и вольфрам обеспечивают более удовлетворительные рабочие характеристики, чем никель, кобальт или рутений, и еще более удовлетворительные по сравнению с ванадием и железом (N.Panariti et al., Appl. Catal. A: Gen. 2000, 204, 203).

Несмотря на то, что применение диспергированных катализаторов решает большую часть проблем, связанных с вышеописанными технологиями, недостатками указанных катализаторов являются неудовлетворительные сроки службы самих катализаторов и неудовлетворительное качество получаемых продуктов.

Условия использования указанных катализаторов (тип предшественника, концентрация и т.д.) являются, в действительности, чрезвычайно важными как с экономической, так и с экологической точки зрения.

Катализатор можно применять при низкой концентрации (несколько сот частей на миллион) в конфигурации с "однократным прохождением", но в этом случае облагораживание продуктов реакции, как правило, бывает неудовлетворительным (A.Delbianco et al., Chemtech, November 1995, 35). При работе с чрезвычайно активными катализаторами (например, молибденом) и при более высоких концентрациях катализатора (несколько тысяч частей на миллион) качество получаемого продукта заметно улучшается, но при этом требуется рециркуляция катализатора.

Катализатор, поступающий из реактора, может быть выделен путем отделения от продукта, получаемого при гидрообработке (предпочтительно - из нижней части перегонной колонны, находящейся после реактора), традиционными способами, такими как декантация, центрифугирование или фильтрование (патенты США 3240718 и 4762812). Часть указанного катализатора может быть возвращена рециклом на гидрогенизацию без дополнительной обработки. Однако активность катализатора, извлеченного и повторно используемого в соответствии с известными способами гидрообработки, обычно ниже активности свежего катализатора, что приводит к необходимости введения операции соответствующей регенерации катализатора для восстановления его каталитической активности и рециркуляции по меньшей мере части указанного катализатора в реактор гидрогенизации. Кроме того, указанные способы регенерации дорогостоящи и технологически чрезвычайно сложны.

Все вышеуказанные способы гидроконверсии позволяют получать, в зависимости от природы используемого сырья и применяемой методики, более или менее высокие степени превращения, однако в любом случае на пределе устойчивости происходит образование непрореагировавшего остатка, здесь и далее называемого гудроном, который, в зависимости от конкретного случая, составляет от 15 до 85% от массы исходного сырья. Этот продукт используют для производства нефтяного топлива, битумов, или он может быть использован в качестве сырья для газификации.

Для увеличения общей степени конверсии при крекинге остатков были предложены схемы, которые включают рециркуляцию более или менее значительных количеств гудрона в установку крекинга. В случае процессов гидроконверсии с использованием катализаторов, диспергированных в суспензионной фазе, рециркуляция гудрона также
5 позволяет извлекать катализатор в такой степени, что авторы настоящего патента в заявке IT-95A001095 описывают способ, позволяющий рециркулировать извлеченный катализатор в реактор гидрообработки без необходимости осуществления дополнительной операции регенерации и в то же время обеспечивающий производство
10 высококачественного продукта, не получая при этом остатка (нефтеперерабатывающая установка с нулевым остатком).

Этот способ включает следующие стадии:

- смешивание тяжелой сырой нефти или кубового остатка с подходящим катализатором гидрогенизации и подачу полученной смеси в реактор гидрообработки,
15 в который загружают водород или смесь водорода с H_2S ;

- подачу потока, содержащего продукт реакции гидрообработки и катализатор в виде диспергированной фазы, в зону перегонки, в которой отделяют наиболее летучие фракции (нафта и газойль);

- подачу высококипящей фракции, получаемой на стадии перегонки, на стадию деасфальтизации с получением при этом двух потоков, один из которых состоит из деасфальтированного нефтепродукта (ДАН), а другой состоит из асфальтенов, катализатора в диспергированной фазе и, возможно, кокса и обогащен металлами,
20 поступающими с исходным сырьем;

- рециркуляцию по меньшей мере 60%, предпочтительно по меньшей мере 80%, потока, состоящего из асфальтенов, катализатора в диспергированной фазе и, возможно, кокса и обогащенного металлами, в зону гидрообработки.

Затем было обнаружено и описано в патентной заявке IT-MI2001A-001438, что при
30 облагораживании тяжелых сырых нефтей или битумов, получаемых из нефтеносных песков, с получением сложных смесей углеводородов, которые используют в качестве сырья для дальнейшего превращения в дистилляты, могут быть использованы и другие конфигурации процесса, отличные от описанных выше.

Способ переработки тяжелого сырья, описанный в патентной заявке IT-MI2001A-001438, в котором используют комбинацию следующих трех технологических установок: установки гидрообработки (ГО) сырья с использованием катализаторов, находящихся в суспензионной фазе; установки (П) перегонки или мгновенного испарения; и секции деасфальтизации (СДА), характеризуется тем, что в указанные три
40 установки поступают смешанные потоки, состоящие из свежего сырья и рециркулируемых потоков, причем способ включает следующие стадии:

- подачу по меньшей мере части тяжелого сырья в секцию деасфальтизации (СДА) и получение двух потоков в присутствии растворителей с получением двух потоков, один из которых состоит из деасфальтированного нефтепродукта (ДАН), а другой - из асфальтенов;
45

- смешивание потока асфальтенов с оставшейся частью тяжелого сырья, не поданной в секцию деасфальтизации, вместе с подходящим катализатором гидрогенизации и подачу полученной смеси в реактор гидрообработки (ГО), в
50 который загружают водород или смесь водорода и H_2S ;

- подачу потока, содержащего продукт реакции гидрообработки и катализатор, находящийся в дисперсной фазе, на одну или более стадию (П) перегонки или мгновенного испарения, при которых отделяют наиболее летучие фракции,

включающие газы, полученные при гидрообработке, нефть и газойль;

- рециркуляцию по меньшей мере 60 мас.%, предпочтительно по меньшей мере 80 мас.%, более предпочтительно по меньшей мере 95 мас.% кубового остатка (гудрона) или жидкости, отводимой из установки мгновенного испарения, содержащей катализатор в дисперсной фазе и обогащенной сульфидами металлов, получаемыми при деме­таллировании сырья, и возможно, коксом и различными типами углеродсодержащих остатков, в зону деасфальтизации.

Обычно необходимо выполнять промывку потока асфальтенов, отводимого из секции деасфальтизации (СДА), для того чтобы концентрация указанных компонентов в реакторе гидрообработки не становилась слишком высокой, и, в случае дезактивации катализатора, для удаления части катализатора, заменяемой на свежий катализатор. Однако в общем случае заменять часть катализатора не нужно, поскольку катализатор сохраняет свою активность в течение длительного времени; тем не менее, в силу вышеуказанных причин, промывку все же необходимо выполнять, поскольку часть катализатора несмотря на то, что он не был полностью дезактивирован, следует считать отработанным. Кроме того, хотя объемы промывочного потока (0,5-4% от количества сырья) чрезвычайно ограничены по сравнению с обычными технологиями гидрообработки, их использование или уничтожение все же представляет собой значительную проблему.

Способ, описанный в указанной заявке, особенно удобен, если тяжелые фракции сложных смесей углеводородов, получаемые указанным способом (в нижней части перегонной колонны), используют в качестве сырья для установок каталитического крекинга - как для гидрокрекинга (ГК), так и для флюид-каталитического крекинга (ФКК).

Сочетание обработки, производимой на установке каталитического гидрирования (ГО), с экстракцией (СДА) позволяет получать деасфальтированные нефтепродукты с пониженным содержанием загрязняющих веществ (металлы, сера, азот, углеродсодержащий остаток), которые, следовательно, можно легче переработать при помощи процессов каталитического крекинга.

Однако следует принять во внимание еще один аспект: нефть и газойль, получаемые непосредственно в установке гидрообработки, все еще содержат значительные количества загрязняющих веществ (сера, азот и т.д.), и для получения из них конечных продуктов в любом случае необходимо проведение дальнейшей обработки.

В настоящее время обнаружено, что способ, описанный в патентной заявке IT-MI2001A-001438, а также способ, описанный в патентной заявке IT-95A001095, полностью включенные в настоящее описание путем ссылки, может быть дополнительно усовершенствован введением дополнительной секции вторичной гидрогенизации, предназначенной для доочистки (последующей обработки) промывочного потока.

Эта секция вторичной обработки предназначена для доочистки промывочного потока с целью значительного снижения концентрации в нем некоторых компонентов и позволяет осуществить рециркуляцию по меньшей мере части катализатора, все еще сохраняющего свою активность, в реактор гидрообработки.

Задачей настоящего изобретения является способ переработки тяжелого сырья, выбранного из тяжелых сырых нефтей, кубовых остатков, тяжелых масел, поступающих из установок каталитического крекинга, гудронов после термической обработки, битумов из нефтеносных песков, различных типов углей и другого

высококипящего сырья углеводородного происхождения, известного как темные нефтяные масла (black oils), путем совместного использования следующих трех технологических установок: установки гидрообработки (ГО) сырья с использованием катализаторов в суспензионной фазе, установки (П) перегонки или мгновенного испарения и установки деасфальтизации (СДА), который включает следующие стадии:

- смешивание по меньшей мере части тяжелого сырья и/или по меньшей мере большей части потока, содержащего асфальтены, полученные в установке деасфальтизации, с подходящим катализатором гидрогенизации и подачу полученной смеси в реактор гидрообработки (ГО), в который загружают водород или смесь водорода и H_2S ,

- подачу потока, содержащего продукты реакции гидрообработки и катализатор в дисперсной фазе, на одну или более стадию (П) перегонки или мгновенного испарения, посредством чего отделяют различные фракции, поступающие после реакции гидрообработки,

- рециркуляцию по меньшей мере части кубового остатка (гудрона) или отводимой из установки мгновенного испарения жидкости, содержащей катализатор в дисперсной фазе, обогащенной сульфидами металлов, получаемыми при деметаллировании сырья, и возможно, коксом, в присутствии растворителей в зону деасфальтизации (СДА), в которую также, возможно, подают по меньшей мере часть тяжелого сырья, при этом получают два потока, один из которых состоит из деасфальтированного нефтепродукта (ДАН), а другой содержит асфальтены,

характеризующийся тем, что часть потока, содержащую асфальтены, отводимую из секции деасфальтизации (СДА) и называемую промывочным потоком, направляют в секцию обработки подходящим растворителем для разделения продукта на твердую фракцию и жидкую фракцию, из которой затем может быть удален указанный растворитель.

Секция обработки промывочного потока, предпочтительно составляющего от 0,5 до 10 об.% от объема свежего сырья, предназначена для проведения операции обезмасливания растворителем (толуол или газойль или другой поток, обогащенный ароматическими компонентами) и отделения твердой фракции от жидкой фракции.

По меньшей мере часть указанной жидкой фракции может быть направлена:

- в “резервуар жидкого нефтяного топлива” как таковая или после отделения растворителя, и/или после добавления подходящей разжижающей жидкости;
- и/или как таковая в реактор гидрообработки (ГО).

В некоторых случаях растворитель может совпадать с разжижающей жидкостью.

Твердая фракция может быть уничтожена как таковая или, что более выгодно, она может быть направлена на обработку для селективного извлечения переходного металла или металлов, содержащихся в катализаторе на основе переходного металла (например, молибдена) (по отношению к другим металлам, присутствующим в исходном остатке - никелю и ванадию), для осуществления возможной рециркуляции потока, обогащенного переходным металлом (молибденом), в реактор гидрообработки (ГО).

Описанная комбинированная обработка имеет следующие преимущества перед традиционными способами:

- концентрация ряда компонентов, содержащихся в промывочной фракции, может быть снижена в значительной степени;
- значительную часть промывочной фракции облагораживают в нефтяное топливо (мазут) путем отделения металлов и кокса;

- снижается доля свежего катализатора, добавляемого к сырью для первичной гидрообработки, поскольку осуществляется рецикл по меньшей мере части молибдена, экстрагируемого при селективном извлечении.

5 Операция обезмасливания состоит в обработке промывочного потока, который представляет собой минимальную часть потока асфальтенов, выходящего из секции деасфальтизации (СДА) установки первичной гидрообработки тяжелого сырья, растворителем, способным перевести максимальное количество органических соединений в жидкую фазу, оставляя в твердом остатке сульфиды металлов, кокс и
10 более тугоплавкие углеродсодержащие остатки (нерастворимые в толуоле или подобные продукты).

Учитывая, что при сильном высыхании соединения металлической природы могут становиться пирофорными, работу рекомендуется проводить в инертной атмосфере, содержащей как можно меньшие количества кислорода и влаги.

15 При проведении операции обезмасливания можно с успехом использовать различные растворители, среди которых можно указать ароматические растворители, такие как толуол и/или смеси ксилолов, углеводородное сырье, имеющееся в наличии на установке, такое как газойль, получаемый на установке или на
20 нефтеперерабатывающих заводах, или легкое циркуляционное масло из установки флюид-каталитического крекинга (ФКК), или термический газойль из установки легкого крекинга/термического крекинга.

В определенных пределах рабочая скорость увеличивается с увеличением времени и температуры реакции, но чрезмерное увеличение этих параметров экономически
25 невыгодно.

Рабочая температура зависит от используемого растворителя и прилагаемого давления, однако рекомендованное значение температуры находится в диапазоне от 80 до 150°C, продолжительность реакции может находиться в диапазоне от 0,1
30 до 12 ч, предпочтительно от 0,5 до 4 ч.

Объемное соотношение растворитель/промывочной поток также является важным параметром, который необходимо принимать во внимание; оно может находиться в диапазоне от 1 до 10 (об./об.), предпочтительно от 1 до 5, более предпочтительно от 1,5 до 3,5.

35 После полного завершения смешивания растворителя и промывочного потока полученный поток при перемешивании направляют в секцию отделения жидкой фазы от твердой фазы.

Эта операция может быть произведена при помощи одного из способов, обычно применяемых в промышленности, таких как декантация, центрифугирование или
40 фильтрование.

Затем жидкую фазу можно подавать на операцию испарения и извлечения растворителя, который рециркулируют на первую стадию обработки (обезмасливание) промывочного потока. Остающиеся тяжелые фракции выгодно
45 использовать на нефтеперерабатывающем заводе в качестве потока, который практически не содержит металлов и содержит относительно небольшие количества серы. Если производят обработку газойлем, то, например, часть указанного газойля может быть оставлена в тяжелом продукте для приведения его в соответствие с
50 техническими характеристиками, предъявляемыми к жидкому нефтяному топливу.

В альтернативном случае жидкая фаза может быть направлена рециклом в реактор гидрогенизации.

Твердая часть может быть уничтожена как таковая или ее можно подвергнуть

дополнительной обработке с целью селективного извлечения катализатора (молибдена), который затем направляют рециклом в реактор гидрообработки.

В действительности было обнаружено, что при добавлении тяжелого сырья, не содержащего металлов, такого как, например, часть деасфальтированного нефтепродукта (ДАН), поступающего из установки деасфальтизации рассматриваемого предприятия, к вышеуказанной твердой фазе и последующем смешивании этой системы с подкисленной (обычно неорганической кислотой) водой почти весь молибден остается в органической фазе, в то время как значительные количества остальных металлов переходят в водную фазу. Обе фазы могут быть легко разделены, и органическую фазу затем для большей экономической выгоды можно направить рециклом в реактор гидрообработки.

Твердую фазу диспергируют в достаточном количестве органической фазы (например, деасфальтированного нефтепродукта, поступающего из того же процесса), к которой добавлена подкисленная вода.

Соотношение между водной и органической фазой может находиться в диапазоне от 0,3 до 3; pH водной фазы может находиться в диапазоне от 0,5 до 4, предпочтительно от 1 до 3.

Помимо секции дополнительной обработки промывочного потока способ также может включать еще одну секцию вторичной гидрогенизации, предназначенной для дополнительной обработки фракции C_2 -500°C, предпочтительно фракции C_5 -350°C, извлекаемой из секции разделения при высоком давлении, находящейся по технологическому потоку перед участком перегонки.

В этом случае поток, содержащий продукт гидрообработки и катализатор в дисперсной фазе, перед одной или более операций перегонки или мгновенного испарения подвергают предварительному разделению при высоком давлении с целью получения легкой фракции и тяжелой фракции, при этом лишь тяжелую фракцию направляют для выполнения одной или более указанных операций перегонки (П).

Легкая фракция, получаемая при разделении под высоким давлением, затем может быть направлена в секцию гидрообработки; при этом получают более легкую фракцию, содержащую газообразные углеводороды C_1 - C_4 и H_2S , и более тяжелую фракцию, содержащую гидрообработанные нефть и газойль.

Возможное включение секции вторичной гидрогенизации, предназначенной для дополнительной обработки фракции C_2 -500°C, предпочтительно фракции C_5 -350°C, обеспечено благодаря одновременному наличию этой фракции и водорода, находящихся при относительно высоком давлении, которое приблизительно равно давлению в реакторе гидрообработки, что позволяет получить следующие преимущества:

- это позволяет получать из нефтяного сырья, которое содержит очень большие количества серы, топливо, отвечающее самым жестким требованиям по содержанию серы (<10-50 частей на миллион), а также с улучшениями в отношении других характеристик дизельного газойля, таких как плотность, содержание полиароматических углеводородов и цетановое число;

- получаемые дистилляты имеют достаточную стабильность.

Гидрогенизационная дополнительная обработка в неподвижном слое состоит в предварительном разделении реакционного потока, поступающего из реактора гидрообработки (ГО), при помощи одного или более сепараторов, работающих при высоком давлении и высокой температуре. В то время как тяжелую часть, извлекаемую из нижней части аппарата, направляют в основную перегонную

установку, часть, извлекаемую из верхней части аппарата - фракцию C_2 -500°C, предпочтительно фракцию C_2 -350°C, направляют в секцию вторичной обработки в присутствии водорода, уже находящегося при высоком давлении; при этом реактор представляет собой реактор с неподвижным слоем катализатора и содержит типичный катализатор, предназначенный для реакций десульфуривания/деароматизации, при помощи которого получают продукт с гораздо меньшим содержанием серы, с более низким содержанием азота, с более низкой общей плотностью, и в то же время, при получении фракции газойля, с повышенными цетановыми числами.

Секция гидрообработки обычно состоит из одного или нескольких последовательно соединенных реакторов; продукт, полученный в указанной системе, может быть далее разогнан на фракции с получением полностью десульфуриванной нефти и дизельного газойля, отвечающего техническим характеристикам, предъявляемым к топливу.

При выполнении операции гидродесульфуривания в реакторе с неподвижным слоем катализатора обычно используют традиционные катализаторы гидродесульфуривания газойля в неподвижном слое; этот катализатор или, возможно, смесь катализаторов, или ряд реакторов с различными катализаторами, имеющими различные свойства, значительно улучшает качество легкой фракции, снижая в значительной степени содержание в ней серы и азота, повышая степень гидрогенизации сырья, снижая, таким образом, плотность и повышая цетановое число фракции газойля, и в то же время снижая коксообразование.

Катализатор обычно состоит из аморфной части на основе оксида алюминия, диоксида кремния, алюмосиликатов и смесей различных минеральных оксидов, на которую осаждают (различными способами) гидродесульфуривующий компонент вместе с гидрогенизирующим агентом. Типичными катализаторами для выполнения операции указанного типа являются катализаторы на основе молибдена или вольфрама с добавлением никеля и/или кобальта, осажденных на аморфный минеральный носитель.

Реакцию дополнительной обработки путем гидрогенизации осуществляют при несколько более низком абсолютном давлении, чем давление, при котором осуществляют первичную гидрогенизацию, обычно в диапазоне от 7 до 14 МПа, предпочтительно от 9 до 12 МПа; температура гидродесульфуривания находится в диапазоне от 250 до 500°C, предпочтительно от 280 до 420°C, причем температура обычно зависит от требуемого уровня десульфуривания. Еще одним важным фактором, влияющим на качество получаемого продукта, является объемная скорость; ее значения могут находиться в диапазоне от 0,1 до 5 ч⁻¹, предпочтительно от 0,2 до 2 ч⁻¹.

Водород, смешиваемый с сырьем, вводят в поток в количестве от 100 до 5000 норм. м³/м³, предпочтительно от 300 до 1000 норм. м³/м³.

Обработке могут быть подвергнуты различные типы тяжелого сырья; сырье может быть выбрано из группы, включающей тяжелые сырые нефти, битумы из нефтеносных песков, различные типы углей, кубовые остатки, тяжелые масла (нефтепродукты), получаемые при каталитической обработке, например тяжелый рецикловый газойль после каталитического крекинга, нижние погоны (кубовые продукты) после гидроконверсии, термические гудроны (получаемые, например, при легком крекинге или подобных термических процессах), и любое другое высококипящее сырье углеводородного происхождения, известное в настоящей области техники под

названием “темное масло”, нефтяной остаток, мазут (black oil).

Для ознакомления с общими условиями проведения способа следует ознакомиться с тем, что уже было описано в патентных заявках IT-MI2001A-001438 и IT-95A001095.

В соответствии с тем, что изложено в патентной заявке IT-95A001095, все тяжелое нефтяное сырье может быть смешано с подходящим катализатором гидрогенизации и направлено в реактор гидрообработки (ГО), причем по меньшей мере 60%, предпочтительно по меньшей мере 80% потока, содержащего асфальтены, который также содержит катализатор в дисперсной фазе и, возможно, кокс, а также обогащен металлом, поступившим с исходным сырьем, может быть направлено рециклом в зону гидрообработки.

В соответствии с тем, что изложено в патентной заявке IT-MI2001A-001438, часть тяжелого сырья и по меньшей мере основную часть потока, содержащего асфальтены, которая также содержит катализатор в дисперсной фазе и, возможно, кокс, смешивают с подходящим катализатором гидрогенизации и направляют в реактор гидрообработки, при этом остальное количество тяжелого сырья направляют в секцию деасфальтизации.

В соответствии с тем, что изложено в патентной заявке IT-MI2001A-001438, по меньшей мере основную часть потока, содержащего асфальтены, который по существу состоит из указанных асфальтенов, смешивают с подходящим катализатором гидрогенизации и направляют в реактор гидрообработки, при этом все тяжелое сырье направляют в секцию деасфальтизации.

Если лишь часть кубового остатка (гудрона) или жидкости, поступающей из установки мгновенного испарения, направляют рециклом в зону деасфальтизации (СДА), то по меньшей мере часть оставшегося количества указанного остатка, полученного после перегонки или мгновенного испарения, может быть направлена в реактор гидрообработки, возможно, вместе с по меньшей мере частью потока, содержащего асфальтены, поступающего из секции деасфальтизации (СДА).

Применяемые катализаторы могут быть выбраны из группы катализаторов, получаемых из предшественников, способных к разложению *in situ* (нафтенаты металлов, металлсодержащие производные фосфоновых кислот, металл-карбонилы и т.д.), или из предварительно приготовленных соединений, полученных на основе одного или более переходных металлов, таких как Ni, Co, Ru, W и Mo; последний является предпочтительным благодаря его высокой каталитической активности.

Концентрация катализатора, определяемая на основании концентрации металла или металлов, присутствующего в реакторе гидроконверсии, находится в диапазоне от 300 до 20000 частей на миллион, предпочтительно от 1000 до 10000 частей на миллион.

Стадию гидрообработки предпочтительно осуществляют при температуре в диапазоне от 370 до 480°C, более предпочтительно от 380 до 440°C, и при давлении в диапазоне от 3 до 30 МПа, более предпочтительно от 10 до 20 МПа.

Водород направляют в реактор, который может работать в режиме как нисходящего, так и, предпочтительно, восходящего потока. Указанный газ может быть подан в различные части реактора.

Стадию перегонки предпочтительно осуществляют при пониженном давлении, в диапазоне от 0,0001 до 0,5 МПа, предпочтительно от 0,001 до 0,3 МПа.

Стадия гидрообработки может быть осуществлена в одном или более реакторов, работающих в диапазоне условий, обозначенном выше. Часть дистиллятов, получаемых в первом реакторе, может быть направлена рециклом в следующие реакторы.

Стадию деасфальтизации, осуществляемую посредством экстракции углеводородным или неуглеводородным растворителем (например, парафинами или изопарафинами, имеющими от 3 до 6 атомов углерода), обычно проводят при температурах в диапазоне от 40 до 200°C и при давлении в диапазоне от 0,1 до 7 МПа. Эту стадию также можно осуществить в одной или более секций, работающих с использованием одного и того же растворителя или различных растворителей; извлечение растворителя может быть осуществлено в субкритических или сверхкритических условиях в одну или нескольких стадий, что позволяет, таким образом, производить дальнейшее разделение деасфальтированного нефтепродукта (ДАН) и смол.

Поток, состоящий из деасфальтированного нефтепродукта (ДАН), может быть использован как таковой, в качестве синтетической сырой нефти (синтетического нефтяного сырья), возможно, смешанного с дистиллятами, или его можно использовать в качестве сырья для каталитического крекинга в псевдоожиженном слое или для гидрокрекинга.

В зависимости от характеристик сырой нефти (содержания металлов, содержания серы и азота, углеродистого остатка) загрузку сырья при осуществлении всего способа выгодно производить, попеременно направляя тяжелый остаток то в установку деасфальтизации, то в установку гидрообработки, или одновременно в обе установки, регулируя следующие параметры:

- соотношение между тяжелым остатком, подаваемым в секцию гидрообработки (свежее сырье), и тяжелым остатком, подаваемым на деасфальтизацию; указанное соотношение предпочтительно находится в диапазоне от 0,01 до 100, более предпочтительно от 0,1 до 10, еще более предпочтительно от 1 до 5;

- соотношение рециркуляции между свежим сырьем и гудроном, подаваемым в секцию деасфальтизации; указанное соотношение предпочтительно находится в диапазоне от 0,01 до 100, более предпочтительно от 0,1 до 10;

- соотношение рециркуляции между свежим сырьем и асфальтенами, подаваемыми в секцию гидрообработки; указанное соотношение можно варьировать в зависимости от изменения значений вышеуказанных соотношений;

- соотношение рециркуляции между гудроном и асфальтенами, подаваемыми в секцию гидрообработки; указанное соотношение можно варьировать в зависимости от изменения значений вышеуказанных соотношений.

Указанная гибкость особенно важна для наиболее полного использования дополняющих друг друга характеристик установок деасфальтизации (дискретное снижение содержания азота и деароматизация) и установок гидрогенизации (глубокая очистка от металлов и серы).

В зависимости от типа сырой нефти, стабильности рассматриваемых потоков и качества получаемого продукта (также в связи с конкретной обработкой, происходящей далее по потоку), количества (доли) свежего сырья, загружаемые в секцию деасфальтизации и в секцию гидрообработки, могут быть отрегулированы наилучшим образом.

Описанная заявка особенно пригодна, если тяжелые фракции сложных смесей углеводородов, получаемые при осуществлении способа (нижние погоны перегонной колонны), должны быть использованы в качестве сырья в установках каталитического крекинга, гидрокрекинга (ГК) и каталитического крекинга в псевдоожиженном слое (ФКК).

Объединенное воздействие обработки, выполняемой в установке каталитической

гидрогенизации (ГО), и экстракционного процесса (СДА) позволяет получать деасфальтированные нефти с пониженным содержанием загрязняющих примесей (металлов, серы, азота, углеродистых остатков), способные, таким образом, с большей легкостью подвергаться каталитическому крекингу.

Ниже приведен предпочтительный вариант выполнения настоящего изобретения, описываемый при помощи прилагаемого чертежа, который, тем не менее, ничем не ограничивает объем настоящего изобретения.

Тяжелое сырье (1) или по меньшей мере его часть (1a) направляют в установку деасфальтизации (СДА) для осуществления операции деасфальтизации посредством экстракции растворителем.

Из установки деасфальтизации (СДА) получают два потока: один поток (2), состоящий из деасфальтированного нефтепродукта (ДАН), и другой поток (3), содержащий асфальтены.

Поток, содержащий асфальтены, за исключением промывочного потока (4), смешивают с добавочным количеством свежего катализатора (5), необходимым для восполнения его потерь, унесенных промывочным потоком (4), с частью (1b) тяжелого сырья, которая не была направлена в секцию деасфальтизации, и с частью (24) гудрона, которая не была направлена в секцию деасфальтизации (СДА), и, возможно, с потоком (15), поступающим из участка обработки промывочного потока (описание которого будет дано далее в тексте); при этом получают поток (6), который загружают в реактор гидрообработки (ГО), в который подают водород (или смесь водорода и H_2S) ((7)). Поток (8), содержащий продукт гидрогенизации и катализатор в дисперсной фазе, выходит из реактора, и его сначала подвергают фракционированию в одном или более сепараторов (Сеп.ВД), работающих при высоком давлении. Верхнюю фракцию (9) направляют в реактор гидрообработки (ГДО C_5-350) с неподвижным слоем катализатора, где получают легкую фракцию (10), содержащую газообразные C_1-C_4 -углеводороды и H_2S , и $C_5-350^\circ C$ фракцию (11), содержащую гидрообработанные нефть и газойль. Из нижней части сепаратора высокого давления выходит тяжелая фракция (12), которую подвергают фракционированию в перегонной колонне (П), в которой вакуумный газойль (13) отделяют от кубового остатка, содержащего дисперсный катализатор и кокс. Этот поток, называемый гудроном (14), полностью или большей частью (25) направляют рециклом в реактор деасфальтизации (СДА), за исключением упомянутой выше фракции (24).

Промывочный поток (4) может быть направлен в секцию гидрообработки (обезмасливания) вместе с растворителем (16); при этом получают смесь (17), содержащую жидкую и твердую фракции. Указанную смесь направляют в секцию обработки твердых веществ (сепаратор твердых веществ, Сеп. ТВ), в которой ее разделяют на выходящий поток (18) с твердыми веществами и выходящий поток жидкости (19), который направляют в секцию регенерации растворителя (Регенер. раств.). Регенерированный растворитель (16) направляют обратно в секцию обезмасливания, в то время поток (20) тяжелых продуктов как таковой или с возможным добавлением разжижающей жидкости (21) направляют для смешивания с фракцией (22) нефтяного топлива.

Твердая фракция (18) может быть утилизирована как таковая, или, возможно, может быть направлена в секцию дополнительной обработки (обработка осадка), подобную, например, описанной в тексте и примерах, с целью получения фракции (23), практически не содержащей молибдена, которую направляют на утилизацию, и

фракции (15), обогащенной молибденом, которую можно направить рециклом в реактор гидрообработки.

Ниже для лучшего понимания изобретения даны несколько примеров, которые, однако, никак не ограничивают объем настоящего изобретения.

Пример 1

Согласно схеме, представленной на фиг.1, был осуществлен следующий эксперимент.

Операция деасфальтизации

Сырье: 300 г остатка от вакуумной перегонки Уральской сырой нефти (таблица 1).
Деасфальтирующий агент: 2000 мл жидкого пропана (экстракцию повторяли три раза).

Температура: 80°C.

Давление: 35 бар (3,5 МПа).

Таблица 1

Характеристики остатка 500°C+ от вакуумной перегонки Уральской нефти

Плотность API (в градусах Американского нефтяного института)	10,8
Сера (мас.%)	2,6
Азот (мас.%)	0,7
Углеродистый остаток (CCR) (мас.%)	18,9
Ni+V (частей на миллион, млн.ч)	80+262

Операция гидрообработки

Реактор: 3000 мл, сталь, имеющий подходящую форму и снабженный магнитной мешалкой.

Катализатор: добавляли 3000 млн.ч Мо/сырье, используя нафтенат молибдена в качестве предшественника.

Температура: 410°C.

Давление: 16 МПа водорода.

Время пребывания: 4 часа.

Операция мгновенного испарения

Операцию осуществляли при помощи лабораторного аппарата для испарения жидкостей (T=120°C).

Результаты эксперимента

Были проведены десять последовательных испытаний по деасфальтизации; в каждом испытании использовали сырье, состоящее из остатка от вакуумной перегонки Уральской сырой нефти (свежее сырье) и остатка от перегонки под атмосферным давлением, полученного при гидрообработке C₃-асфальтенов на предшествующей операции, с целью достижения полной рециркуляции катализатора, добавляемого в первом испытании. При выполнении каждой операции в автоклав загружали некоторое количество сырья, состоящего из остатка от вакуумной перегонки Уральской сырой нефти (свежее сырье) и C₃-асфальтенов, полученных в установке для деасфальтизации, так чтобы общая масса сырья (свежее сырье + рециркулируемые C₃-асфальтены) соответствовала исходному значению 300 г.

Соотношение между количеством свежего сырья и количеством рециркулируемого продукта в данных рабочих условиях составляло 1:1.

Показатели в потоках, выходящих после последнего рецикла (мас.% в пересчете на массу сырья), указаны ниже:

Газ: 7%.

Нафта (C₅-170°C): 8%.

Атмосферный газойль (АГО 170-350°C): 17%.

Деасфальтированный нефтепродукт (ВГО + ДАН): 68%.

Поток асфальтенов, извлекаемый по окончании испытания, содержал все количество изначально загруженного катализатора, сульфиды металлов Ni и V, получаемые в десяти операциях гидрообработки, и некоторое количество кокса, порядка 1 мас.% в расчете на общее количество загружаемого остатка от перегонки Уральской сырой нефти. В указанном примере производить промывку рециркуляционного потока необязательно. В таблице 2 указаны параметры полученного продукта.

Таблица 2

Характеристики продуктов, полученных при испытаниях, проведенных в соответствии с примером 1

	Сера (мас.%)	Азот (млн.ч)	Плотность (г/мл)	Углеродистый остаток (RCC) (мас.%)	Ni+V (млн.ч)
Нафта C ₆ -170°C	0,06	450	0,768	-	-
АГО 170-350°C	0,52	2100	0,870	-	-
ВГО + ДАН	1,45	2500	0,938	3	1

Пример 2

20,7 г промывочного потока (состав указан в таблице 3), поступающего с установки переработки остатка 500°C+ от перегонки Уральской нефти, обрабатывали 104 г толуола (массовое отношение растворитель/промывочной поток =5) при 100°C в течение 3 часов. Полученную фракцию профильтровали. Собрали 3,10 г твердого вещества (состав указан в таблице 4) вместе с 17,60 г тяжелого масла (после испарения толуола), содержание металлов в котором указано в таблице 5.

Таблица 3

Характеристики промывочного потока, поступающего после обработки остатка 500°C+ Уральской нефти

Плотность (г/мл)	1,1
S (мас.%)	2,4
Mo (мас.%)	0,68
Ni (мас.%)	0,12
V (мас.%)	0,36
Fe (мас.%)	0,07

Таблица 4

Характеристики твердого вещества (осадка на фильтре) после обработки толуолом промывочного потока после обработки остатка 500°C+ Уральской нефти

C (мас.%)	82,0
H (мас.%)	3,9
S (мас.%)	4,8
Mo (мас.%)	4,1
Ni (мас.%)	0,6
V (мас.%)	2,2
Fe (мас.%)	0,4

Таблица 5

Содержание металлов в тяжелом нефтепродукте, экстрагируемом при обработке промывочного потока после обработки остатка 500°C+ Уральской нефти

Mo(млн.ч)	10
Ni (млн.ч)	26
V (млн.ч)	23
Fe (млн.ч)	10

Пример 3

Следовали той же процедуре, что и в примере 2; 10,6 г промывочного потока (состав которого указан в таблице 3) обрабатывали 62 мл газойля, полученного при гидрообработке остатков Уральской нефти, в соответствии с процедурой, описанной в вышеуказанном примере 1, при этом качество соответствовало указанному в

таблице 2; соотношение газойль/промывочный поток было равно 5, а обработку производили при 130°C в течение 6 часов. Полученную фракцию центрифугировали (5000 об/мин). Собрали 1,78 г твердого вещества (состав указан в таблице 6) вместе с 8,82 г тяжелого масла (после испарения газойля).

Таблица 6

Характеристики твердого вещества (осадка на фильтре) после обработки газойлем промывочного потока после обработки остатка 500°C+ Уральской нефти

Mo (мас.%)	3,43
Ni (мас.%)	0,53
V (мас.%)	1,75

Пример 4

1,0 г твердого остатка, полученного при обработке, описанной в примере 2, состав которого указан в таблице 4, обрабатывали смесью 50 мл подкисленной воды (pH 2) и 50 мл деасфальтированного нефтепродукта (ДАН), имеющего состав, указанный в таблице 7.

Спустя 24 часа при 70°C жидкие фазы оставили для декантации, а затем проводили анализ на содержание металлов в двух фазах.

Общее количество (>99%) молибдена оставалось в органической фазе, в то время как никель и ванадий были обнаружены в водной фазе в количествах, соответствующих эффективности экстракции 23,5% и 24,4%, соответственно.

Затем органическую фазу, содержащую молибден, загрузили вместе со свежим остатком Уральской нефти в установку для проведения испытания по гидрообработке, которое осуществляли в соответствии с процедурой, описанной в примере 1; молибден сохранял свою каталитическую активность.

Таблица 7

Характеристики ДАН, поступающего после обработки остатка 500°C+ Уральской нефти

	Сера (мас.%)	Азот (млн.ч)	Плотность (г/мл)	Углеродистый остаток (RCC) (мас.%)	Ni + V (млн.ч)
ДАН	1,02	2100	0,934	3	<1

Пример 5

Следовали той же процедуре, что и в примере 4, но вместо ДАН использовали газойль, полученный при гидрообработке остатков Уральской нефти (см. пример 1), и подкисленную воду (pH 2).

Общее количество молибдена оставалось в органической фазе, в то время как никель и ванадий были обнаружены в водной фазе в количествах, соответствующих эффективности экстракции 41,0% и 26,8%, соответственно.

Пример 6

В соответствии со схемой, представленной на чертеже, продукты, поступающие из головной части сепаратора высокого давления, направляют в реактор с неподвижным слоем катализатора, в который загружают поток реагентов в нисходящем режиме. В реактор загружают обычный коммерческий катализатор гидродесульфирования, приготовленный на основе молибдена и никеля.

Рабочие условия следующие:

Объемная скорость жидкости (LHSV): 0,5 час⁻¹.

Давление водорода: 10 МПа.

Температура реактора: 390°C.

В таблице 8 указано качество сырья, поступающего в реактор с неподвижным слоем катализатора, и качество получаемого продукта.

Таблица 8

Гидрообработка фракции C₅-350°C, поступающей после
обработки остатка 500°C+ Уральской нефти

	Сырье	Продукт
Плотность (г/мл)	0,8669	0,8294
Моноароматические соединения (мас.%)	30,1	19,5
Диароматические соединения (мас.%)	8,3	1,2
Триароматические соединения (мас.%)	2,8	0,4
Полиароматические соединения (мас.%)	11,1	1,6
Сера (млн.ч)	5300	37
Азот (млн.ч)	2280	3
Дистилляционная кривая		
T ₁₀ (°C)	187	145
T ₅₀ (°C)	271	244
T ₉₀ (°C)	365	335

Формула изобретения

1. Способ переработки тяжелого сырья, выбранного из тяжелых сырых нефтей, кубовых остатков, тяжелых нефтепродуктов каталитического крекинга, гудронов термической обработки, битумов, получаемых из нефтеносных песков, различных типов углей и другого высококипящего сырья углеводородного происхождения, известного как темные нефтяные масла, путем совместного использования следующих трех технологических установок: установки гидрообработки (ГО) с использованием катализаторов в суспензионной фазе, установки (П) перегонки или мгновенного испарения и установки деасфальтизации (СДА), включающий следующие стадии:

смешивание по меньшей мере части тяжелого сырья (1b) и по меньшей мере большей части потока, содержащего асфальтены, полученные в установке деасфальтизации, или по меньшей мере большей части потока, содержащего асфальтены, с подходящим катализатором гидрогенизации, и подачу полученной смеси в реактор гидрообработки (ГО), в который загружают водород или смесь водорода и H₂S;

подачу потока, содержащего продукты реакции гидрообработки и катализатор, находящийся в дисперсной фазе, на одну или более стадию (П) перегонки или мгновенного испарения, посредством чего отделяют различные фракции, полученные при гидрообработке;

- рециркуляцию по меньшей мере части кубового остатка (гудрона) или отводимой из установки для мгновенного испарения жидкости, содержащих катализатор в дисперсной фазе, обогащенной сульфидами металлов, получаемыми при демеаллировании сырья, и, возможно, коксом в присутствии растворителей в зону деасфальтизации (СДА), в которую также, возможно, подают по меньшей мере часть тяжелого сырья (1a), при этом получают два потока, один из которых состоит из деасфальтированного нефтепродукта (ДАН), а другой содержит асфальтены,

отличающийся тем, что часть потока, содержащего асфальтены, отводимого из секции деасфальтизации (СДА) и называемого промывочным потоком, направляют в секцию обработки подходящим растворителем для разделения продукта на твердую фракцию и жидкую фракцию, из которой затем может быть удален указанный растворитель.

2. Способ по п.1, в котором промывочный поток составляет от 0,5 до 10 об.% в расчете на свежее сырье.

3. Способ по п.1, в котором по меньшей мере часть жидкой фракции, отводимой из секции обработки промывочного потока, направляют как таковую, или после

отделения от растворителя, и/или после добавления подходящей разжижающей жидкости во фракцию нефтяного топлива.

4. Способ по п.1, в котором по меньшей мере часть жидкой фракции, отводимой из секции обработки промывочного потока, направляют рециклом в реактор гидрообработки (ГО).

5. Способ по п.1, в котором растворитель, используемый в секции обработки промывочного потока, представляет собой ароматический растворитель или смесь газойлей, получаемых в самом процессе или имеющихся на нефтеперерабатывающих заводах.

6. Способ по п.5, в котором ароматический растворитель представляет собой толуол и/или смесь ксилолов.

7. Способ по п.1, в котором объемное соотношение растворитель/промывочный поток находится в диапазоне от 1 до 10.

8. Способ по п.7, в котором объемное соотношение растворитель/промывочный поток находится в диапазоне от 1 до 5.

9. Способ по п.8, в котором объемное соотношение растворитель/промывочный поток находится в диапазоне от 1,5 до 3,5.

10. Способ по меньшей мере по одному из пп.1-9, в котором все тяжелое нефтяное сырье смешивают с подходящим катализатором гидрогенизации и направляют в реактор гидрообработки (ГО), причем по меньшей мере 60% потока, содержащего асфальтены, который также содержит катализатор в дисперсной фазе и, возможно, кокс и обогащен металлами, поступившими с исходным сырьем, направляют рециклом в зону гидрообработки.

11. Способ по п.10, в котором по меньшей мере 80% потока, содержащего асфальтены, направляют рециклом в зону гидрообработки.

12. Способ по меньшей мере по одному из пп.1-9, в котором часть тяжелого сырья и по меньшей мере основную часть потока, содержащего асфальтены, который также содержит катализатор в дисперсной фазе и, возможно, кокс, смешивают с подходящим катализатором гидрогенизации и направляют в реактор гидрообработки, при этом остальное количество тяжелого сырья направляют в секцию деасфальтизации.

13. Способ по меньшей мере по одному из пп.1-9, в котором по меньшей мере основную часть потока, содержащего асфальтены, который, по существу, состоит из указанных асфальтенов, смешивают с подходящим катализатором гидрогенизации и направляют в реактор гидрообработки, при этом все тяжелое сырье направляют в секцию деасфальтизации.

14. Способ по п.1, в котором часть кубового остатка (гудрона) или жидкости, поступающей из установки мгновенного испарения, направляют рециклом в зону деасфальтизации (СДА), а по меньшей мере часть оставшегося количества указанного остатка, полученного после перегонки или мгновенного испарения, направляют в реактор гидрообработки.

15. Способ по п.14, в котором по меньшей мере часть остатка, полученного после перегонки или мгновенного испарения, направляют в реактор гидрообработки вместе с по меньшей мере частью потока, содержащего асфальтены, поступающего из секции деасфальтизации (СДА).

16. Способ по п.1, в котором по меньшей мере 80 мас.% кубового остатка направляют рециклом в секцию деасфальтизации.

17. Способ по п.16, в котором по меньшей мере 95 мас.% кубового остатка направляют рециклом в секцию деасфальтизации.

18. Способ по п.1, в котором по меньшей мере часть оставшегося количества кубового остатка (гудрона), не направленного рециклом в зону деасфальтизации, направляют рециклом в секцию гидрообработки.

19. Способ по п.1, в котором стадии перегонки осуществляют при пониженном давлении в диапазоне от 0,0001 до 0,5 МПа.

20. Способ по п.19, в котором стадии перегонки осуществляют при пониженном давлении в диапазоне от 0,001 до 0,3 МПа.

21. Способ по п.1, в котором стадию гидрообработки осуществляют при температуре в диапазоне от 370 до 480°C и при давлении в диапазоне от 3 до 30 МПа.

22. Способ по п.21, в котором стадию гидрообработки осуществляют при температуре в диапазоне от 380 до 440°C и при давлении в диапазоне от 10 до 20 МПа.

23. Способ по п.1, в котором стадию деасфальтизации осуществляют при температуре в диапазоне от 40 до 200°C и при давлении в диапазоне от 0,1 до 7 МПа.

24. Способ по п.1, в котором растворитель деасфальтизации представляет собой легкий парафин, имеющий от 3 до 7 атомов углерода.

25. Способ по п.1, в котором стадию деасфальтизации осуществляют в субкритических или сверхкритических условиях при помощи одной или более операций.

26. Способ по п.1, в котором поток, состоящий из деасфальтированного нефтепродукта (ДАН), фракционируют путем традиционной перегонки.

27. Способ по п.1, в котором поток, состоящий из деасфальтированного нефтепродукта (ДАН), смешивают с продуктами, отделяемыми на стадии перегонки, после их конденсации.

28. Способ по п.1, в котором катализатор гидрогенизации представляет собой способный к разложению предшественник или предварительно приготовленное соединение на основе одного или более переходных металлов.

29. Способ по п.28, в котором переходный металл представляет собой молибден.

30. Способ по п.1, в котором концентрация катализатора, присутствующего в реакторе гидрообработки, определяемая на основании концентрации металла или металлов, находится в диапазоне от 300 до 20000 частей на миллион.

31. Способ по п.1, в котором концентрация катализатора, присутствующего в реакторе гидрообработки, находится в диапазоне от 1000 до 10000 частей на миллион.

32. Способ по меньшей мере по одному из пп.1-9, в котором поток, содержащий продукт реакции гидрообработки и катализатор в дисперсной фазе, перед подачей на одну или более стадию перегонки или мгновенного испарения подвергают предварительной стадии разделения при высоком давлении с целью получения легкой фракции и тяжелой фракции, при этом лишь тяжелую фракцию затем направляют на указанную стадию (стадии) перегонки (П).

33. Способ по п.32, в котором легкую фракцию, получаемую на стадии разделения при высоком давлении, затем направляют в секцию вторичной гидрогенизации, предназначенной для дополнительной обработки, при этом получают более легкую фракцию, содержащую газообразные C_1 - C_4 углеводороды и H_2S , и более тяжелую фракцию, содержащую гидрообработанные нефть и газойль.

34. Способ по п.33, в котором реакцию гидрогенизации, предназначенную для дополнительной обработки, осуществляют при давлении в диапазоне от 7 до 14 МПа.

35. Способ по пп.1 и 28, в котором твердую фракцию обрабатываемого продукта направляют на дополнительную обработку путем селективного извлечения переходного металла (металлов), содержащегося в катализаторе гидрогенизации.

36. Способ по п.35, в котором извлеченный переходный металл (металлы) направляют рециклом в реактор гидрообработки (ГО).

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50