



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

204138
(11) (B1)

(22) Prihlášené 28 03 77
(21) [PV 2025-77]

(40) Zverejnené 31 07 80

(45) Vydané 15 12 83

(51) Int. Cl.³
C 10 G 34/00

C 10 G 69/00

(75)

Autor vynálezu

NÁTER PAVEL ing., KOPERNICKÝ IVAN RNDr. ing., BAXA JOZEF doc.
ing. CSc., RÉVUS MILOŠ ing. a RUNA ALFRED ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby mazacieho oleja selektívnou a hydrogenačnou rafináciou

1

Predmetom vynálezu je spôsob výroby mazacieho oleja s cieľom zvýšenia výťažku olejového rafinátu.

Olejové destiláty, ktoré vznikajú pri vákuovej destilácii sírnoparafinických rôt, sa v procese výroby mazacích olejov podrobujú selektívnej rafinácii rozpúšťadlami, aby sa zlepšili ich užitné hodnoty. Ako rozpúšťadlo sa najčastejšie používa furfural, fenol alebo krezol. Pri rafinácii sa z olejových destilátov selektívnym pôsobením rozpúšťadla odstraňujú látky škodlivé ako živice a viackruhové aromáty, ktoré predchádzajú do extraktu, a v rafináte sa koncentrujú látky žiaduce ako alkánocyklány a málokruhové aromáty. Aby sa zvýšila rozpúšťacia schopnosť selektívneho činidla rafinácia sa uskutočňuje pri zvýšenej teplote (70 až 130 °C) v extraktoch, ktoré sú najúastejšie rotačné diskové kontakory (holand. pat. 67932 a 70866) alebo náplňové kolóny.

Pretože proces extrakcie sa nikdy neuskutoční dokonale, časť pomerne cenných olejových destilátov sa dostáva do extraktového roztoku. Tieto je možné z extraktového roztoku získať jeho ochladením, čím sa znížením rozpúšťacej schopnosti solventu vylúčia najprv podiely parafinického charakteru a pri ďalšom znižovaní teploty látka stále aromatickejšie.

2

Takto získané olejové podiely sa nazývajú rafináty druhého stupňa alebo pseudorafináty.

Pseudorafináty, ktorých pri extrakcii môže vzniknúť až 30 %, sa najčastejšie recirkulujú naspäť do extrakčnej kolóny. Pri tomto procese sa opakovanou extrakciou ich časť dostáva do rafinátu. Avšak, pretože ich chemické zloženie je odlišné od zloženia rafinátu, ich vyšší prídavok znižuje viskozitný index rafinátu, ktorý je mierou jeho kvality.

O spôsob iného zúčtovania pseudorafinátu pojednáva AO 191 478, kde sa navrhuje jeho použitie ako surovina pre výrobu káboľových olejov.

Iné použitie pseudorafinátu predvída AO ZSSR 514 884, podľa ktorého pseudorafinát sa najprv odparafinuje a kontaktuje a po hydrokrakovaní sa mieša s primárnym odparafinovaným a kontaktovaným rafinátom.

Vyššie výťažky olejového rafinátu nezhoršenej kvality možno dosiahnuť nasledovným postupom: pseudorafinát sa podrobí stredotlakej hydrogenačnej rafinácii tak, aby sa dosiahol viskozitný index na úrovni viskozitného indexu rafinátu. Hydrogenovaný pseudorafinát sa zmieša s primárnym rafinátom a odparafinuje sa na požadovaný bod

tuhnutia. Zmesný odparafinovaný rafinát je možné použiť priamo pre výrobu mazacích olejov alebo podľa potreby, sa dorafinuje kontaktovaním alebo hydrogenačne.

Technologické podmienky furalovej selektívnej rafinácie:

teplota v extraktore	90 až 130 °C
teplotný gradient	15 až 30
pomer rozpúšťadlo/olej	1 až 4 hmot.
teplota chladenia roztoku extraktu	40 až 100 °C

Teplota chladenia extraktového roztoku je závislá od následnej hydrogenačnej rafinácie. Použitím stredotlakej hydrogenácie je možné zvýšiť VI pseudorafinátu o 15 až 25 jednotiek.

Hlbším chladením sa získa pseudorafinát s nižším viskozitným indexom, ktorý vyžaduje ostrejšiu hydrogenáciu.

Technologické podmienky stredotlakej hydrogenácie:

kyslíčníky kovov Ni, Co a Mo	katalyzátor na alumine
teplota v reaktore	350 až 400 °C
parciálny tlak vodíka	4 až 7 MPa
priestorová rýchlosť	0,6 až 1,0 m ³ /m ³ h

Výhodou navrhovanej technológie proti klasickej selektívnej rafinácii je zvýšenie výťažku olejového rafinátu, ktoré predstavuje 5 až 10 % hmot. Oproti spôsobu popísanému v AO ZSSR 514 884 sa dosahuje výhoda v tom, že odparafinovanie je zaradené až za hydrogenáciu, čo znamená možnosť lepšieho využitia kapacity rozpustidlového odparafinovania. Hydrogenáciou sa zvyšuje bod tuhnutia odparafinovaných olejov o 4 až 10 °C, čo vyžaduje veľmi nízke filtračné teploty. Keďže v navrhovanej technológii je odparafinovanie zaradené až za hydrogenáciu, táto nevýhoda odpadá.

Príklad 1

Stredneviskóznym olejovým destilátom z románskej ropy sa rafinoval furfuralom v rotačnom diskovom kontakte za podmienok:

teplota vrchu reaktora	115 °C
teplotný gradient	20 °C
pomer fural/olej	2,5 hmot. %
teplota chladenia extraktového roztoku	70 °C

Vlastnosti pôvodného destilátu a získaného pseudorafinátu, extraktu a rafinátu boli nasledovné:

Tabuľka č. 1

	destilát	pseudorafinát	extrakt	rafinát
výťažok % hm	100,0	8,5	35,5	56,0
hustota 20 °C kg/m ³	915,1	917,4	989,9	879,6
viskozita 50 °C mm ² /s	27,88	33,72	95,22	19,69
viskozita 100 °C mm ² /s	6,070	6,980	10,13	5,181
viskozitný index	76	82	-64	108
bod tuhnutia °C	+32	+26	+12	+34
bod vzplanutia °C	206	206	202	206
obsah síry % hm	1,68	1,75	3,51	0,88
molekulová hmotnosť	396	391	352	408
n—d—M:				
C _A % hm	13,7	14,2	38,3	4,0
C _N % hm	27,1	33,3	19,6	35,1
C _P % hm	59,2	52,5	42,1	60,9

Pseudorafinát sa podrobil stredotlakej hydrogenačnej rafinácii za podmienok:

katalyzátor	385 °C
teplota v reaktore	Ni — MoO ₃ na alumine
parciálny tlak vodíka	5 MPa
priestorová rýchlosť	0,85 m ³ /m ³ h

pri ktorej sa získal hydrogenovaný pseudorafinát s výťažkom 91 % hmot.

Jeho vlastnosti boli:

viskozitný index	104
viskozita pri 50 °C	19,21 mm ² /s
viskozita pri 100 °C	5,058 mm ² /s
bod tuhnutia	+ 30 °C
bod vzplanutia	204 °C

Hydrogenovaný pseudorafinát a rafinát sa zmiešali v pomere v akom sa získali, tj. hydrogenovaný pseudorafinát 7,7 % hmotn. rafinát 56,0 % hmotn.

a odparafinovali sa za použitia zmesi acetón — toluén na bod tuhnutia -12 °C.

Vlastnosti a výťažky klasického odparafinovaného rafinátu a zmesného odparafinovaného rafinátu a pseudorafinátu boli nasledovné:

Tabulka 2

	rafinát	odparafinovaný rafinát + pseudorafinát
výťažok % hmotn.	42,0	47,8
hustota 20 °C kg/m ³	881,4	880,6
viskozita 50 °C mm ² /s	26,31	26,05
viskozita 100 °C mm ² /s	5,973	5,921
viskozitný index	86	85
bod tuhnutia °C	-12	-12
bod vzplanutia °C	204	204
obsah síry % hmotn.	1,03	1,00
molekulová hmota	401	400
karbon. zvyšok % hmotn.	0,04	0,03
číslo kyselosti mgKOH/g	0,03	0,02
n—d—M:		
C _A	6,0	6,2
C _N	45,3	44,0
C _P	48,7	49,8
oxidácia ČSN 65 6235:		
prírastok visk. 50 °C %	10,7	12,2
prírastok karbon. zbytk. %	0,44	0,36

Vynajdenou technológiou sa získal odparafinovaný rafinát s výťažkom o 7,4 % hmotn. vyšším pri rovnakej kvalite.

teplota vrchu extraktora 120 °C
teplotný gradient 25 °C
pomer furál/olej 2,8 hmot.
teplota chladenia extrakt. roztoku 70 °C

Príklad 2

Viskózny olejový destilát z romaškinskej ropy sa rafinoval furfuralom v rotačnom diskovom kontakte za podmienok:

Vlastnosti pôvodného destilátu a získaného pseudorafinátu, extraktu a rafinátu sú uvedené v tabuľke č. 3.

Tabulka 3

	destilát	pseudorafinát	extrakt	rafinát
výťažok % hmotn.	100,0	10,4	46,9	42,7
hustota 20 °C kg/m ³	938	917	990	891
viskozita 50 °C mm ² /s	—	85,02	1459	—
viskozita 60 °C mm ² /s	76,35	—	—	40,46
viskozita 100 °C mm ² /s	16,79	13,42	44,90	11,25
viskozitný index	69	84	-174	104
bod tuhnutia °C	+44	+40	+24	+46
bod vzplanutia °C	262	258	240	270
obsah síry % hmotn.	1,94	1,50	2,93	0,99
Conradson. zvyšok % hmotn.	0,70	0,34	3,15	0,02

Pseudorafinát sa podrobil hydrogenačnej rafinácii za podmienok:

Hydrogenát mal nasledovné vlastnosti:

katalyzátor NiO-MoO₃ na alumine
teplota v reaktore 390 °C
perciálny tlak vodíka 5 MPa
priestorová rýchlosť 0,8 m³/m³h

viskozita pri 50 °C 60,02 mm²/s
viskozita pri 100 °C 11,37 mm²/s
viskozitný index 103
bod tuhnutia + 44 °C
bod vzplanutia 232 °C
obsah síry 0,62 % hmotn.

pri ktorých sa získal hydrogenovaný pseudorafinát s výťažkom 89 % hmotn.

Hydrogenovaný pseudorafinát a rafinát sa zmiešali v pomere v akom sa získali z východiskového destilátu, tj.

hydrogenovaný pseudo- rafinát	9,3 % hmotn.
rafinát	42,7 % hmotn.

a odparafinovali sa na bod tuhnutia -12°C za použitia rozpúšťadiel acetón — toluén v pomere 1 : 2 hmotn.

Výťažky a vlastnosti odparafinovaného rafinátu a zmesného odparafinovaného rafinátu a pseudorafinátu sú uvedené v tab. č. 4

Tabulka 4

výťažok	% hmotn.	rafinát	odparafinovaný rafinát + pseudorafinát
		30,8	37,4
hustota 20°C kg/m^3		896	897
viskozita 50°C mm^2/s		84,97	87,46
viskozita 100°C mm^2/s		13,30	13,52
viskozitný index		82	81
bod tuhnutia $^{\circ}\text{C}$		-12	-12
bod vzplanutia $^{\circ}\text{C}$		258	252
obsah síry % hmotn.		1,24	1,17
Conradson. zvyšok % hmotn.		0,08	0,07
oxidácia ČSN 65 6235:			
prírastok v 50°C %		16,4	13,7
prírastok CCT % hmotn.		0,82	0,80

Výťažok rafinátu podľa navrhovanej technológie bol vyšší o 6,6 % hmotn. pri rovnakej kvalite získaného oleja.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby mazacieho oleja selektívnou a hydrogenačnou rafináciou, vyznačujúci sa tým, že pseudorafinát, ktorý sa získa ochladením extraktového roztoku, odchádzajúceho z extrakčnej kolóny pri teplote 90 až 130°C , na teplotu 40 až 100°C sa pod-

robí hydrogenácií na katalyzátore, pozostávajúcom z kysličníkov kovov Ni, Co alebo Mo, pri parciálnom tlaku vodíka 4 až 7 MPa a teplote 350 až 400°C , vzniklý hydrogenovaný pseudorafinát sa spojí s primárnym rafinátom a oba sa spolu odparafinujú.