

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ (19) **ВУ** (11) **4979**

(13) **С1**

(51)⁷ В 01D 3/14,
G 01N 7/14, 7/16



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(54)

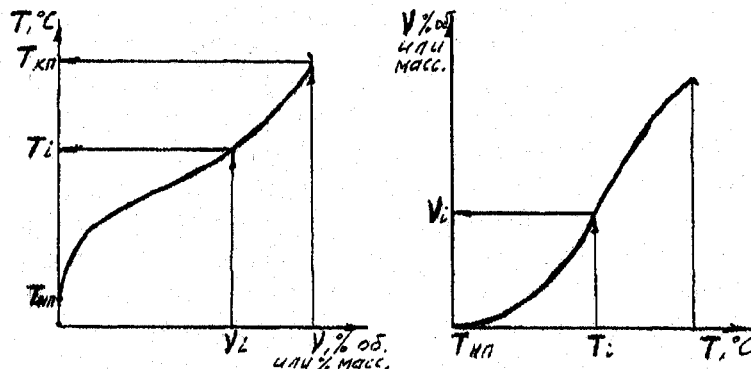
**СПОСОБ АВТОМАТИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ЖИДКИХ НЕФТЕПРОДУКТОВ,
ВЫКИПАЮЩИХ ДО 400 °С, И УСТРОЙСТВО ДЛЯ ЕГО
ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ**

(21) Номер заявки: а 19980801
(22) 1998.08.26
(46) 2003.03.30

(71) Заявитель: Полоцкий государственный университет (ВУ)
(72) Авторы: Абаев Генрих Николаевич; Спиридонов Александр Владимирович; Клоев Александр Илларионович; Арапов Николай Сергеевич; Лисовский Леонид Михайлович; Андреева Раиса Александровна; Урванцев Вячеслав Витальевич (ВУ)
(73) Патентообладатель: Полоцкий государственный университет (ВУ)

(57)

1. Способ автоматического определения фракционного состава жидких нефтепродуктов, выкипающих до 400 °С, включающий отбор анализируемой пробы жидких нефтепродуктов, ее нагрев теплоизлучателем для постепенного испарения, охлаждение паров во времени τ_1 , установление температуры начала кипения нефтепродуктов $T_{нк}$, определение долей отгона v от исходного объема пробы при определенных температурах с контролем температуры испаряющейся пробы в паровой фазе T_p , отличающийся тем, что объем пробы, помещенной в нагревательную колбу для разгонки, составляет 5÷10 мл, пробу нагревают и постепенно испаряют при неизменной мощности нагрева, при этом непрерывно измеряют давление паровой фазы на выходе из нагревательной колбы в холодильник через сужающее устройство, а также



Фиг. 1

значения температуры кипения нефтепродуктов в жидкой фазе $T_{ж}$ с построением зависимостей изменения их от времени, рассчитывают значения $\frac{dT_{ж}}{d\tau_1}$ и $\frac{d^2T_{ж}}{d\tau_1^2}$ и устанавливают температуру начала кипения нефтепродуктов в момент, когда значение $\frac{d^2T_{ж}}{d\tau_1^2}$ становится равным 0, и температуру конца кипения нефтепродуктов в момент оголения термомпары, когда значение $\frac{d^2T_{ж}}{d\tau_1^2}$ также становится равным 0, а доли отгона от исходного объема пробы при определенных температурах рассчитывают на основе зависимостей изменения от времени давления паровой фазы и температуры испаряющейся пробы в паровой фазе путем вычисления по формуле

$$v = 0,92 \frac{\int_{T_{жк}}^{T_{ж}} (PT_{п})^n d\tau_1}{\int_{T_{нк}}^{T_{жк}} (PT_{п})^n d\tau_1} + 0,0005(T_{нк} - 20),$$

где $T_{жк}$ - температура выкипания последней капли испаряющейся пробы, при этом контроль температуры испаряющейся пробы в паровой фазе осуществляют путем измерения температуры кипения нефтепродуктов в жидкой фазе с последующим расчетом температуры испаряющейся пробы в паровой фазе по формуле

$$T_{п} = T_{ж} - A,$$

где $A = A_0 + A_1 \frac{ak}{T_{ср}} + A_2 v + A_3 \frac{ak}{T_{ср}} v + A_4 \left(\frac{ak}{T_{ср}} \right)^2 + A_5 v^2 + A_6 \left(\frac{ak}{T_{ср}} \right)^2 v^2,$

где a - соответственно показатель симметричности, a

k - показатель интенсивности при $T = T_{ср}$ математической модели фракционной разгонки, соответствующей формуле

$$v = \frac{a\tau^k}{1 + a\tau^k}, \text{ где}$$

$$\tau = \frac{T_{п} - T_{нк}}{T_{жк} - T_{п}},$$

причем a , k и $T_{жк}$ находят путем подбора по уравнению

$$\ln \frac{v}{1-v} = \ln a + k \ln \tau$$

таким образом, чтобы обеспечивалась линейная зависимость.

2. Устройство для автоматического определения фракционного состава жидких нефтепродуктов, выкипающих до 400 °С, включающее нагревательную колбу для разгонки, теплоизлучатель, измеритель температуры, холодильник, приемник конденсата от охлажденных паров кипящих нефтепродуктов и систему регистрации и преобразования сигналов от измерительных датчиков процесса разгонки, отличающееся тем, что нагревательная колба для разгонки имеет внутри коническое дно, на расстоянии 2÷3 мм от центра которого сверху закреплен измеритель температуры в виде малоинерционной термомпары для измерения температуры кипения нефтепродуктов в жидкой фазе в одном из трех штуцеров, смонтированных в широкой нижней части нагревательной колбы, другой штуцер выполнен с возможностью осуществления ввода через него жидких нефтепродуктов шприцодозатором, а через третий штуцер посредством вентиля продувки, шлангов и двух тройников полость колбы, ее отводы и соединительная линия продувки колбы соединены с микрокомпрессором, входящим в состав системы непрерывного измерения давления паровой фазы испаряющейся пробы, которая содержит окруженное защитной сеткой су-

жающее устройство, расположенное в полости верхней части горла колбы и соединенное свободным концом с холодильником, тензодатчик, соединенный через тройник шлангами с верхней частью колбы, соединительной линией продувки колбы и ее отводами, причем в тройнике на выходе в соединительную линию продувки колбы расположена диафрагма с отверстием, а также микрокомпрессор и вентилятор, при этом система регистрации и преобразования сигналов от измерительных датчиков процесса разгонки выполнена в виде электронной схемы, включающей силовую и измерительную системы, соединенные с тензодатчиком и теплоизлучателем и расположенные в одном блоке основного изолированного корпуса устройства, соединенного также с компьютером, расположенным вне изолированного корпуса устройства и выполняющим управляющие технологические и расчетные операции.

(56)

Лабораторный автомат для определения фракционного состава светлых нефтепродуктов ЛАФС: Техническое описание и инструкция по эксплуатации. - Киев: Киевский завод аналитических приборов, 1966. - 60с.

RU 2035941 С1, 1995.

RU 2047304 С1, 1995.

RU 2035944 С1, 1995.

US 4166770 А, 1979.

EP 0070926 А1, 1983.

Изобретение относится к определению характеристик нефтепродуктов и может быть использовано в нефтехимической, нефтеперерабатывающей, химической и смежных отраслях промышленности. Для характеристики нефтяных продуктов необходима информация о составе компонентов, которые при нагревании выкипают в определенных температурных интервалах, т.е. фракциях. Определение фракционного состава производят для технологического контроля производства нефтепродуктов и оценки их эксплуатационных свойств. Фракционный состав - один из основных показателей качества бензинов, керосинов и др. нефтепродуктов.

Известны стандартные методики и установки для определения фракционного состава жидких нефтепродуктов [1, 2].

Известны способы и устройства, основанные на принципах, отличающихся от стандартных. При этом используется и анализируется информация, как правило, одной какой-либо характеристики фракционной разгонки нефтепродукта [3].

В основном все устройства для фракционного анализа создаются работающими в непрерывном или циклическом полуавтоматическом или автоматическом режиме.

Известны методы оперативной оценки фракционного состава по характерным температурам кривой фракционного состава. Кривая фракционного состава описывает зависимость определенных температур и концентраций выкипевших фракций, где оценивается характерная температура начала перегонки (начало кипения) $T_{нк}$ и максимальная температура конца перегонки (конец кипения) $T_{кк}$. Известны автоматические анализаторы, где эксплуатируется анализ и интерпретация одной характерной точки кривой фракционного состава - $T_{нк}$ или $T_{кк}$ или одного из показателей, например, выкипаемости промежуточных фракций или выкипаемости при заданной температуре и испаряемости [4], [5].

Указанные методы и устройства обладают рядом недостатков: значительным объемом анализируемого вещества (на цикл измерения более одного литра); продолжительным временем подготовки к анализу (пробоподготовка), длительностью предварительного нагрева и собственно анализа (за цикл - от 5 до 12÷15 мин), малой информативностью (по одному показателю).

Кроме того, имеются и специфические недостатки, присущие отдельным способам и устройствам. Например, ненадежность работы анализаторов, при проведении исследований в режимах высоких температур ($100\div 180\text{ }^{\circ}\text{C}$); необходимость дополнительного использования газа-носителя (гелий, аргон, в зависимости от типа детектора) и соответственно, высокая стоимость анализа; громоздкость и значительная масса автоматических анализаторов.

Общеизвестен способ определения фракционного состава (стандартный метод) нефтепродуктов и устройство для его выполнения по Энглеру [1, 2]. Этот способ применяется для анализов в лабораторной практике.

Способ включает отбор обезвоженного и подогретого ($20 \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$) анализируемого образца светлых нефтепродуктов объемом 100 см^3 в стеклянную колбу (Энглера), нагрев нефтепродукта таким образом, чтобы время предварительного нагрева при перегонке бензина и лигроина составляло $5\div 10$ мин, керосина, реактивного и легкого дизельного топлива - $10\div 20$ мин, постепенное испарение нефтепродукта во времени τ и конденсация его паров при охлаждении в холодильнике с образованием жидкого продукта - конденсата (дистиллята), объем которого замеряется мерным стеклянным цилиндром, при этом отмечается как доля собранного отгона v_{τ} по отношению к исходному объему, так и температурный интервал выкипания этой доли. По мере конденсации паров нефтепродукта устанавливают температуру начала перегонки как $T_{нк}$ в момент выпадения из холодильника первой капли конденсата и температуру конца кипения - максимальную температуру конца кипения нефтепродукта - $T_{кк}$. При фракционной перегонке по известному способу контролируется температура паров испаряющейся пробы.

По результатам перегонки нефтепродукта строят кривые фракционного состава двумя способами: а) задаваясь несколькими значениями концентраций (например, 10; 50; 90; 97-98 %) определяют температуру выкипающих фракций; б) задаваясь несколькими значениями температуры (75, 100, 200, 260, 270 $^{\circ}\text{C}$) определяют доли отгона выкипевших фракций и строят зависимости доли отгона от температуры. На фиг. 1 представлены эти кривые.

Для двух параллельных перегонок допускается: расхождение для температуры начала перегонки $4\text{ }^{\circ}\text{C}$, а для конца и промежуточных точек фракционного состава $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ или 1 см^3 .

Способ реализуется в устройстве, представленном на фиг. 2, состоящим из аппаратов для разгонки и вспомогательных измерительных инструментов. Аппарат включает: колбу (стеклянную) 1 для разгонки с боковым отводом, отходящим от узкой части горловины (ГОСТ 10394-63), термометра ТН-7 (ГОСТ 400-64) 2, закрепленного в пробке горла колбы таким образом, чтобы пары кипящего нефтепродукта контактировали с ртутным шариком термометра на уровне их выхода в холодильник 3, в котором циркулирует охлаждающая вода, температура которой также регламентируется (вход $0\div 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ и выход - не ниже $30\text{ }^{\circ}\text{C}$). Нагрев осуществляется электрическим нагревателем 4 либо газовой горелкой с регуляторами нагрева (размера пламени) 6. Измерение конденсата паров производится стеклянным измерительным цилиндром 5 с номинальной вместимостью 10 и 100 мл (ГОСТ 1770-64). Контроль времени осуществляется с помощью секундомера.

Данный способ и устройство имеют ряд недостатков:

1. Достаточно большой объем пробы, используемой для анализа (100 мл);
2. Большая продолжительность анализа, обусловленная значительным объемом анализируемой пробы и строго регламентируемыми условиями перегонки: времени перегонки, скорости перегонки, температуры исходной пробы ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$). Это вызывает необходимость предварительного нагрева пробы и предварительного прогрева прибора. Продолжительность анализа составляет от $15\div 20$ до $50\div 60$ мин, в зависимости от вида анализируемого нефтепродукта.

3. Значительные трудозатраты и невысокая надежность способа, связанные с необходимостью (ручной) регулировки нагревательного прибора (газовой горелки, либо электроплиты). Данная регулировка обусловлена строгим регламентом по времени предварительного

нагрева нефтепродукта (до первой капли конденсата) и переменным режимом дальнейшего нагрева пробы. Кроме того, процесс перегонки оценивается объемом дистиллята (визуально), собираемого и измеряемого в мерном цилиндре. Нарушение скорости перегонки приводит к необходимости исключения результатов анализа и повторному анализу данного образца.

4. Существенные ошибки (оцениваемых параметров) при проведении стандартной разгонки, т.е. невысокая воспроизводимость результатов. Ошибки связаны с тем, что в процессе перегонки нефтепродукта измеряется температура в парах кипящего образца. Таким образом, измеряется не истинная температура кипения определенных фракций нефтепродуктов, а паров нефтепродуктов, кипевших несколько мгновений раньше. Кроме того, измерение по данному способу осуществляется стеклянным ртутным термометром, обладающего инерционностью (показывает несколько ниже температуру на $10\div 30$ °С в сравнении с истинной температурой кипения жидких продуктов) [6].

5. К недостатку способа и устройства относится и ограниченный результирующий анализ фракционного состава нефтепродуктов в виде расчетных данных, либо графической кривой зависимости долей отгона от температуры - кривая фракционной разгонки нефтепродукта (ФРН), которая выполняется вручную.

Наиболее близким техническим решением к предлагаемому способу является способ автоматического определения фракционного состава жидких светлых нефтепродуктов и устройство для его выполнения [7].

В данном способе анализ фракционного состава аналогичен вышеописанному стандартному способу. А устройство (ЛАФС - лабораторный анализатор фракционного состава) отличается тем, что контроль температуры разгонки, осуществляемой в вышеописанной стандартной колбе, производят не стеклянным термометром со ртутным шариком, а термопарой 2, закрепленной в корковой пробке горла разгонной колбы, на уровне выхода паров в холодильник 3. А измерение скорости разгонки осуществляется не визуальным замером собранного объема дистиллята в мерном цилиндре 5 и времени его сбора по секундомеру, а автоматическим контролем как скорости падения капель конденсата, так и уровня собранного дистиллята в мерном стеклянном цилиндре (по нижнему мениску) с помощью фоточувствительных элементов 7, 8, усилителя и преобразователя световых сигналов в электрические 9, 10 и с их помощью графического автоматического построения через самопишущее устройство 11 в форму кривой фракционной разгонки нефтепродуктов (ФРН).

Данному способу присущи ранее приведенные недостатки (кроме 5). К недостаткам устройства можно также отнести то, что измеритель температуры - термопара закреплена в верхней части горла разгонной колбы, что, как это выше описано, приводит к искажению показателей ФРН. Кроме того, автомат ЛАФС - не является частью компьютерной системы, позволяющей выполнять на основе данных ФРН управляющие (технологические) и расчетные операции. Существенным недостатком прибора ЛАФС является его громоздкость и значительная масса (габариты прибора, мм $960\times 340\times 640$; масса - 92 кг).

Вышеуказанные недостатки препятствуют оперативному использованию способа и устройства (прибора) на установках нефтеперерабатывающего и нефтехимического комбинатов.

Задачей предлагаемого технического решения является сокращение времени определения фракционного состава, повышение его надежности в точности и воспроизводимости результатов, увеличение области использования данного анализа в технологии нефтепереработки, улучшение эксплуатационных свойств.

Поставленная задача решается тем, что в способе автоматического определения фракционного состава жидких нефтепродуктов, выкипающих до 400 °С, включающем отбор анализируемой пробы жидких нефтепродуктов, ее нагрев теплоизлучателем для постепенного испарения, охлаждение паров во времени, установление температуры начала ки-

пения нефтепродуктов $T_{нк}$, определение долей отгона v_T от исходного объема пробы при определенных температурах с контролем температуры испаряющейся пробы в паровой фазе T_p , в отличие от прототипа, объем пробы, помещенной в нагревательную колбу для разгонки, составляет 5-10 мл, пробу нагревают и постепенно испаряют при неизменной мощности нагрева, при этом непрерывно измеряют давление паровой фазы на выходе из нагревательной колбы в холодильник через сужающее устройство, а также значения температуры кипения нефтепродуктов в жидкой фазе $T_ж$ с построением зависимостей изменения их от времени, рассчитывают значения и устанавливают температуру начала кипения нефтепродуктов в момент, когда значение $\frac{d^2T_ж}{dt^2_1}$ становится равным 0, и температура

конца кипения нефтепродуктов в момент оголения термопары, когда значение $\frac{d^2T_ж}{dt^2_1}$ также становится равным 0, а доли отгона от исходного объема пробы при определенных температурах рассчитывают на основе зависимостей изменения от времени давления паровой фазы и температуры испаряющейся пробы в паровой фазе путем вычисления по формуле

$$v_T = 0,92 \frac{T_{нк}}{T_{кк}} \frac{\int_{T_{нк}}^T (PT_p)^n dt_1}{\int_{T_{нк}}^T (PT_p)^n dt_1} + 0,0005(T_{нк} - 20),$$

где $T_{кк}$ - температура выкипания последней капли испаряющейся пробы,

при этом контроль температуры испаряющейся пробы в паровой фазе осуществляют путем измерения температуры кипения нефтепродуктов в жидкой фазе с последующим расчетом температуры испаряющейся пробы в паровой фазе по формуле

$$T_p = T_ж - A,$$

где $A = A_0 + A_1 \frac{ak}{T_{cp}} + A_2 v + A_3 \frac{ak}{T_{cp}} v + A_4 \left(\frac{ak}{T_{cp}} \right)^2 + A_5 v^2 + A_6 \left(\frac{ak}{T_{cp}} \right)^2 v^2,$

где a - соответственно показатель симметричности, a

k - показатель интенсивности при $T = T_{cp}$ математической модели фракционной разгонки, соответствующей формуле

$$v = \frac{a\tau^k}{1 + a\tau^k}, \quad \text{где} \quad \tau = \frac{T_p - T_{нк}}{T_{кк} - T_p},$$

причем a , k и $T_{кк}$ находят путем подбора по уравнению

$$\ln \frac{v_T}{1 - v_T} = \ln a + k \ln \tau$$

таким образом, чтобы обеспечивалась линейная зависимость.

Поставленная задача решается также тем, что в устройстве для автоматического определения фракционного состава жидких нефтепродуктов, выкипающих до 400 °С, включающем нагревательную колбу для разгонки, теплоизлучатель, измеритель температуры, холодильник, приемник конденсата от охлажденных паров кипящих нефтепродуктов и систему регистрации и преобразования сигналов от измерительных датчиков процесса разгонки, в отличие от прототипа, нагревательная колба для разгонки имеет изнутри коническое дно, на расстоянии 2-3 мм от центра которого сверху закреплен измеритель температуры в виде малоинерционной термопары для измерения температуры кипения нефтепродуктов в жидкой фазе в одном из трех штуцеров, смонтированных в широкой нижней части нагревательной колбы, другой штуцер выполнен с возможностью осуществления ввода через него жидких нефтепродуктов шприцом - дозатором, а через третий

штуцер посредством вентиля продувки, шлангов и двух тройников полость колбы, ее отводы и соединительная линия продувки колбы соединены с микрокомпрессором, входящим в состав системы непрерывного измерения давления паровой фазы испаряющейся пробы, которая содержит окруженное защитной сеткой сужающее устройство, расположенное в полости верхней части горла колбы и соединенное свободным концом с холодильником, тензодатчик, соединенный через тройник шлангами с верхней частью колбы, соединительной линией продувки колбы и ее отводами, причем в тройнике на выходе в соединительную линию продувки колбы расположена диафрагма с отверстием, а также микрокомпрессор и вентилятор, при этом система регистрации и преобразования сигналов от измерительных датчиков процесса разгонки выполнена в виде электронной схемы, включающей силовую и измерительную системы, соединенные с тензодатчиком и теплоизлучателем и расположенные в одном блоке основного изолированного корпуса устройства, соединенного также с компьютером, расположенным вне изолированного корпуса устройства и выполняющим управляющие технологические и расчетные операции.

Повышение надежности определения показателей фракционной разгонки нефтепродуктов обусловлено, с одной стороны, экспериментальными исследованиями и на их основе установленными и используемыми при анализе закономерностями процесса ФРН [6], а с другой, применением специальной конструкции колбы с коническим дном и замером температуры непосредственно кипящих в ней жидких нефтепродуктов до последней капли с помощью малоинерционной термопары ($d_r = 1$ мм), а также системой точного анализа давления паров кипящих нефтепродуктов.

На фиг. 1 представлены кривые фракционной разгонки нефтепродуктов.

На фиг. 2 - схема перегонки по стандарту (ГОСТ 2177-82).

На фиг. 3 - общий вид и схема ЛАФС - прототип.

На фиг. 4 - общий вид и схема предлагаемого технического решения (анализатор - компьютер).

На фиг. 5 - семейство диагностических кривых, полученных по предлагаемому изобретению.

На фиг. 6 - кривая фракционной разгонки дизельного топлива, полученная по предлагаемому изобретению.

Заявляемое устройство схематично представлено на фиг. 4 и включает нагревательную колбу для разгонки 1, которая имеет внутри коническое дно, на расстоянии 2+3 мм от центра которого, сверху закреплена малоинерционная термопара 2 в одном из трех штуцеров 22, смонтированных в широкой нижней части нагревательной колбы, другой штуцер 21 выполнен как ввод через него жидких нефтепродуктов шприцом-дозатором, а через третий штуцер 20 - посредством вентиля продувки 19, шлангов и двух тройников 23 и 24 соединены полость колбы, ее отводы и соединительные линии продувки с микрокомпрессором 25, и дополнительно включает систему непрерывного измерения давления паровой фазы испаряющейся пробы, состоящую из сужающего устройства 12, расположенного и окруженного защитной сеткой в полости верхней части горла колбы, и соединенного другим, свободным концом с холодильником 3, тензодатчика 13, соединенного шлангами через тройник с верхней частью колбы и соединительной линией продувки колбы, ее отводов, причем в тройнике 24 на выходе в линию продувки расположена диафрагма 14 с отверстием, а также микрокомпрессор 25 и вентилятор 15, а система регистрации и преобразования сигналов от измерительных датчиков процесса выполнена в виде электронной схемы, включающей силовую 16 и измерительную системы 17, соединенные с термопарой 2, тензодатчиком 13 и теплоизлучателем 4 и расположенные в одном блоке основного изолированного корпуса устройства, соединенного также с компьютером 18 через аналоговый и цифровой порта, расположенным вне изолированного корпуса, и выполняющим управляющие технологические и расчетные операции. Дополнительно на выходе холодильника устанавливается приемный цилиндр 5.

Устройство состоит из двух отдельных блоков: анализатора (в изолированном корпусе) и компьютера, типа 486 DX4-100/8 RAM/HDD 850. Масса анализатора до 6 кг; габариты анализатора: 305×118×240. Набор программ для компьютера (на основе данных ФРН) позволяет решать разнообразные технологические и расчетные задачи нефтехимии или нефтеперерабатывающих производств (компаундирования, анализ работ колонн и др.).

Устройство работает следующим образом. После загрузки исходной пробы анализируемого нефтепродукта, а также запуска в компьютере управляющей программы и нажатия кнопки "Пуск" анализатора происходит включение устройства в режим работы. При этом происходит нагрев колбы 1 с исходной пробой. При достижении точки кипения, пары нефтепродуктов, поднимаясь вверх нагревательной колбы перед выходом в холодильник 3 и приемный цилиндр 5 проходят через сужающее устройство (капилляр) 12, из-за чего возникает перепад давления, фиксируемый чувствительным и малоинерционным тензодатчиком 13. Для предотвращения попадания конденсата охлажденных паров нефтепродуктов импульсная линия 20 к тензодатчику продувается небольшим фиксированным расходом воздуха от микрокомпрессора 25. Температура жидкой пробы фиксируется малоинерционной термопарой 2. При этом сигналы температуры и давления непрерывно поступают в компьютер 18, где обрабатываются и сохраняются в виде массива данных. При завершении перегонки образца в нагревательную колбу вводится 10÷5 мл бензина, который растворяет следы оставшейся анализируемой пробы и затем удаляется из колбы при ее нагреве через холодильник наружу в приемный цилиндр 5. Чтобы защитить капилляр 12 от забивки конденсирующимися, тяжелыми углеводородами его окружают защитной сеткой.

Устранение вышеперечисленных недостатков предлагаемым технологическим решением обусловлено использованием (анализом) двух надежных показателей процесса при определении фракционного состава нефтепродуктов: 1. Температуры кипения жидкой фазы нефтепродуктов; 2. Давления паров непрерывно испаряющихся при перегонке нефтепродуктов. В предлагаемом техническом решении перегонка осуществляется при постоянных температурных (не регулируемых вручную или автоматически) режимах. Постоянный нагрев и, соответственно, независимость результата анализа от данной величины обеспечивают повышение надежности в точности и воспроизводимости результатов. Для обеспечения сохранения стабильности температурных режимов кипения и охлаждения нефтепродуктов в устройстве (фиг. 4) располагается вентилятор 15 между "горячей зоной" - нагреватель 4, перегонная колба 1 и "холодной" - конденсатор-холодильник 3, микрокомпрессор 25.

Экспериментальные исследования и математическое моделирование процесса определения фракционного состава нефтепродукта показали, что фракционная разгонка нефтепродуктов (ФРН) подчиняется уравнению [6]:

$$\frac{dv}{dt} = \frac{kv(1-v)}{\tau}$$

или в интегральном виде:

$$v = \frac{a \cdot \tau^k}{1 + a \cdot \tau^k}, \quad (1)$$

где $\tau = \frac{T - T_{нк}}{T_{кк} - T}$ - безразмерный температурный параметр; $T_{нк}$ - температура начала кипения нефтепродукта; $T_{кк}$ - температура конца кипения нефтепродукта; T - текущая температура кипения; v - объемная доля отгона нефтепродукта; a - показатель симметричности кривой ФРН; k - показатель интенсивности ФРН при $T = T_{ср}$. Определить ФРН любого нефтепродукта предлагаемым способом это значит определить характеристики: a , k , $T_{нк}$, $T_{кк}$. При определении $T_{нк}$ и $T_{кк}$ (обязательные показатели ФРН) стандартными способами (известным техническим решением) необходима гарантированная, стандартная температура охлаждения нефтепродукта, фиксация первой и последней капли образующегося конденсата (дистиллята) после холодильника, сохранение определенного темпа нагрева в течение всего процесса перегонки.

Нарушение даже одного из вышеперечисленных условий фракционной разгонки приводит к необходимости повторного анализа данной пробы.

В предлагаемом техническом решении этот трудоемкий, сложно воспроизводимый и, как показали экспериментальные исследования [6], недостаточно точный по сути анализ заменен более простым и надежным приемом - контролем во времени τ_1 текущей температуры $T_{ж}$ жидкой фазы нефтепродукта, нагреваемом при постоянном подводе тепла. При этом $T_{нк}$ (температура начала кипения) и $T_{кк}$ (температура конца кипения) определяются автоматически расчетно. Это происходит для $T_{нк}$ в момент, когда значение $\frac{d^2T_{ж}}{d\tau^2_1}$ становится равным нулю, и второй раз для $T_{кк}$ в момент выкипания последней капли жидкого нефтепродукта и соответственного оголения термопары (резкого нарушения теплового баланса системы), значение $\frac{d^2T_{ж}}{d\tau^2_1}$ также становится равным нулю. Эти моменты на температурной кривой ($T_{ж} = f(\tau_1)$) фиксируются автоматически как температуры начала и конца кипения.

Кривая изменения текущей температуры жидкой фазы $T_{ж}$ кипящего нефтепродукта во времени отображается графически (но не самопишущим устройством, как отображается текущая температура паровой фазы кипящего нефтепродукта в известном способе - ЛАФС), а с помощью электронной компьютерной системы - на дисплее (что также значительно ускоряющей процедуру анализа).

В известном способе и устройстве контроль объема собранного дистиллята фиксируется визуально-автоматически (фотоэлемент) по нижнему мениску жидкости в стеклянном цилиндре. Этот метод достаточно точен, но также зависит от темпов разгонки.

В предлагаемом техническом решении определение объемов дистиллята и его доли от исходного объема пробы (доля отгона v_T) определяется расчетно автоматически. Делается это на основе измерения и интегрирования температуры и объема паров кипящих нефтепродуктов (по замеру тензометрически давления паров P при выходе их из колбы в холодильник) и температуры разгонки $T_{ж}$. А установление температуры в паровой фазе осуществляется расчетно по формуле

$$T_{п} = T_{ж} - A,$$

$$\text{где } A = A_0 + A_1 \frac{ak}{T_{cp}} + A_2 v + A_3 \frac{ak}{T_{cp}} v + A_4 \left(\frac{ak}{T_{cp}} \right)^2 + A_5 v^2 + A_6 \left(\frac{ak}{T_{cp}} \right)^2 v^2,$$

а T_{cp} - средняя температура кипения; a - показатель симметричности кривой ФРН; k - показатель интенсивности ФРН. При этом a и k также определяются автоматически в процессе перегонки, поскольку они являются составляющими уравнения $\ln \frac{v_T}{1-v} = \ln a + k \ln \tau$,

где $\tau = \frac{T_{п} - T_{нк}}{T_{кк} - T_{п}}$, которые автоматически решаются таким образом, чтобы обеспечивалась линейная зависимость.

Таким образом доля отгона устанавливается расчетно с использованием данных непрерывного измерения давления P паровой фазы и температуры жидкой фазы $T_{ж}$.

Расчет доли отгона v_T во времени (в процессе перегонки) осуществляется по формуле

$$v_T = 0,92 \frac{\int_{T_{нк}}^T (PT_n)^n d\tau_1}{\int_{T_{нк}}^{T_{кк}} (PT_n)^n d\tau_1} + 0,0005(T_{нк} - 20),$$

Применение результатов автоматического и точного замера показателей температуры кипения нефтепродуктов в жидкой фазе и давления паров нефтепродуктов, надежность, воспроизводимость которых не зависит от уровней нагрева и скорости перегонки, позво-

ляют реализовывать способ определения фракционного состава нефтепродукта оперативно - 3÷4 мин, при малом объеме пробы - до 10 мл. При этом максимальное время нагрева пробы до падения первой капли - 3 мин; выход дистиллята - 94÷95 %; воспроизводимость показаний для температуры текущих точек - ± 2 °С.

Примеры выполнения способа.

Пример 1.

Выполнение ФРН с помощью ЛАФС (по прототипу).

Отобранную исходную пробу дизельного топлива объемом 100 мл наливают в сферическую колбу Энглера 1 (фиг. 3). Колбу устанавливают на нагреватель 4 с асбестовой прокладкой, устанавливают термопару 2 в горловину колбы, чтобы чувствительный элемент находился ниже уровня паропроводной трубки и диаграмму на барабан самописца 11. Нагрев теплоизлучателем осуществляют следующим образом. На силовом блоке устанавливают напряжение предварительного нагрева (напряжение предварительного нагрева устанавливается экспериментальным путем для каждого продукта путем проведения предварительного анализа или ориентировочно для дизельных топлив - 120÷140 В). При необходимости регулируют таймер. После нажатия кнопки "Пуск" происходит включение анализатора в режим нагрева. После падения первой капли в начале кипения (через 10-15 мин после пуска) происходит включение анализатора в режим "Разгонка". Разгонка нефтепродукта представляет собой постепенное испарение нагреваемой пробы и последующее охлаждение конденсирующихся паров, регистрируемых как доля отгона при определенной температуре. В данном режиме осуществляется регулировка скорости перегонки (4-5 мл/мин) по частоте каплепадения, которая регистрируется фотодиодом, установленным на выходе из конденсатора-холодильника 3. Отогнанный объем дистиллята (доля отгона v при определенной температуре паров T_n) регистрируется следящей системой контроля уровня жидкости в приемном цилиндре 5. По окончании кипения происходит снижение температуры на термопаре 2, в результате которой формируется сигнал об окончании кипения и при этом происходит выключение нагревателя 4. По окончании фракционной разгонки осуществляется охлаждение колбы за счет свободной конвекции и затем ее последующая промывка и сушка. Причем две последние операции осуществляют вручную. Данные фракционной разгонки (доли отгона и соответствующие им температуры кипения) могут быть представлены в виде графика, аналогичного приведенному на фиг. 1 или в табл. 1.

Таблица 1
**Фракционный состав дизельного топлива, определенный на ЛАФСе
 (по ГОСТу 2177-82)**

Доля отгона объемная (v)	Температура паровой фазы (T_n), °С	
	опыт 1	опыт 2
Н.К.	201	202
0,1	231	233
0,2	245	247
0,3	256	258
0,4	266	268
0,5	277	278
0,6	288	289
0,7	300	302
0,8	316	317
0,9	336	327
0,97	359	361

ВУ 4979 С1

Показатели известного способа определения фракционного состава.

1. Объем исходной пробы нефтепродукта 100 мл.

2. Продолжительность анализа:

прогрев прибора - 15 мин;

нагрев или охлаждение пробы до 20 °С (термостатирование) - 5 мин;

нагрев пробы до кипения - 5+5 мин;

продолжительность разгонки - 20+30 мин.

Т.е. суммарное время анализа составляет 25+45 мин. В процессе анализа идет автоматическая регулировка нагрева (переменный нагрев во времени) для обеспечения постоянства скорости перегонки (4 + 5 мл/мин). Общее время анализа и подготовки (с учетом охлаждения колбы) составляет около 1 часа.

Операции при выполнении известного способа:

отбор пробы;

заливка пробы в колбу Энглера и установка в анализатор на нагреватель;

установка термопары в колбу;

установка приемного цилиндра (насухо протертый) в рабочее положение, т.е. под носик холодильника;

установка диаграммы на барабан самописца;

регулировка таймера;

здание напряжения предварительного нагрева с последующим изменением в соответствии с необходимой скоростью перегонки (4-5 мл/с);

нагрев;

постепенное испарение и конденсация;

после отключения анализатора снятие регистрационной диаграммы с барабана и охлаждение колбы (путем свободной конвекции);

после охлаждения колбы ее промывка и сушка (то же самое проделывают и с цилиндром).

Воспроизводимость по способу для текущих точек составляет 2 °С. Выход дистиллята дизельного топлива 97 %.

Пример 2.

Выполнение ФРН по изобретению.

Отобранную исходную пробу дизельного топлива объемом 10 мл вводят шприцем-дозатором в коническую колбу 1 (фиг. 4) через штуцер ввода пробы 21, предварительно закрыв линию продувки 19. Загрузив компьютерную программу управления работой анализатора, устанавливают мощность нагрева теплоизлучателя (напряжение нагрева устанавливается экспериментальным путем для каждого продукта путем проведения предварительного анализа или ориентировочно для дизельных топлив - 3-я ступень 180 Вт). После нажатия кнопки на анализаторе "Пуск" происходит включение системы в режим работы. В процессе работы, по достижении температуры начала кипения, происходит постепенная перегонка нефтепродукта, охлаждение его паров в холодильнике 3, осуществляется автоматический сбор информации во времени о температуре жидкой фазы кипящей пробы дизтоплива $T_{ж}$ и давлении паров P в колбе 1 через тензодатчик 13. По окончании выкипания происходит снижение давления паров в колбе и при достижении фиксированного значения через минуту происходит выключение нагревателя. Далее осуществляется промывка колбы от остатков перегонки легкой бензиновой фракцией путем ее ввода шприцем-дозатором в колбу 1, смешение ее с остатками и их испарение, и последующая сушка колбы путем продувки воздухом, нагнетаемого по воздуховодам от микрокомпрессора 25, и ее охлаждение вентилятором 15. Результаты сбора текущей информации (температура жидкой фазы и давление паров) сохраняются в файле и затем обрабатываются по специально разработанной программе расчета фракционного состава нефтепродукта. Программа расчета включает следующие операции:

расчет температуры начала кипения $T_{нк}$ и температуры конца кипения $T_{кк}$ по экстремальным значениям вторых производных $\frac{d^2 T_{ж}}{dt_1^2}$ (фиг. 5);

определение долей отгона v_T по формуле

$$v_T = 0,92 \frac{\int_{T_{нк}}^T (PT_n)^n dt_1}{T_{кк}} + 0,0005(T_{нк} - 20);$$

величины a и k также определяются по уравнению $\ln \frac{v_T}{1 - v_T} = \ln a + k \ln \tau$,

где $\tau = \frac{T_{п} - T_{нк}}{T_{кк} - T_{п}}$, которые автоматически решаются таким образом, чтобы обеспечивалась линейная зависимость;

расчет температуры паровой фазы кипящего нефтепродукта ($T_{п}$) при соответствующей доле отгона как $T_{п} = T_{ж} - A$,

$$\text{где } A = A_0 + A_1 \frac{ak}{T_{cp}} + A_2 v + A_3 \frac{ak}{T_{cp}} v + A_4 \left(\frac{ak}{T_{cp}} \right)^2 + A_5 v^2 + A_6 \left(\frac{ak}{T_{cp}} \right)^2 v^2,$$

T_{cp} - средняя температура кипения; a - показатель симметричности кривой ФРН; k - показатель интенсивности ФРН.

Результаты расчета представлены на графике (фиг. 6) и в табл. 2. Также дополнительно по этой программе можно рассчитывать отдельные физико-химические свойства испытуемой фракции.

Таблица 2

Фракционный состав дизельного топлива, определенный по изобретению

Доля отгона объемная (v)	Температура паровой фазы (T_n), °C	
	опыт 1	опыт 2
Н.К.	207	209
0,1	228	226
0,2	241	239
0,3	252	250
0,4	264	262
0,5	275	273
0,6	287	286
0,7	300	299
0,8	315	314
0,9	333	332
1	363	360

Показатели предлагаемого способа анализа фракционного состава нефтепродуктов.

1. Объем исходной пробы нефтепродукта 5÷10 мл.
 2. Продолжительность анализа: прогрев прибора - 3 мин;
нагрев или охлаждение пробы до 20 °C (термостатирование) - не требуется;
нагрев пробы до кипения - 2÷4 мин;
продолжительность разгонки - 2÷4 мин.
- Т.е. суммарное время анализа не превышает 10 мин.
1. Операции при выполнении способа:

ВУ 4979 С1

заливка пробы в коническую колбу шприцом-дозатором;
установка приемного цилиндра (дренажной емкости) под носик конденсатора-холодильника;

регулировка таймера;

запуск программы управления работой анализатора и задание режимов (при необходимости изменения) работы (мощность нагрева, максимальное время нагрева, максимальная температура нагрева);

после отключения анализатора промывка колбы от остатков перегонки низкокипящей бензиновой фракцией и охлаждение колбы встроенным вентилятором.

Таким образом, отсутствие необходимости регулировки скорости перегонки и, соответственно, изменения мощности нагрева (постоянный подвод тепла), а также взаимосвязь с ЭВМ (осуществляется сбор информации с датчиков, ее хранение и обработка, а также управление работой узлов анализатора), все это обеспечивает относительную простоту управления. Наличие взаимосвязи с ЭВМ позволяет использовать данную систему в АСУ ТП нефтеперерабатывающих производств для корректировки режимов работы ректификационных колонн и для решения других технологических задач.

Технические параметры и результаты сравнительных испытаний известного и заявляемого способа приведены в табл. 3.

Таблица 3

№ п/п	Параметры	ЛАФС (известное техническое решение)	Предлагаемый компьютерный комплекс
1	Объем пробы, мл	100	5÷10
2	Время анализа, мин	15÷20	3÷4
3	Макс. время до падения первой капли	10÷15	3
4	Регулировка скорости перегонки	+	-
5	Точность (сходимость, повторяемость) анализа для текущих точек, °С.	2÷4	1÷2
6	Эксплуатационные показатели: габариты, мм масса, кг	960×340×640 92	305×118×240 до 7

Анализ проведенных испытаний показал, что заявляемый способ имеет ряд преимуществ перед аналогами. Снижение трудозатрат, сокращение времени анализа, снижение объема анализируемой пробы, снижение ошибок при проведении ФРН, наличие взаимосвязи с ЭВМ.

Источники информации:

1. Гуревич И.А. Технология переработки нефти и газа. Часть 1. Общие свойства и первичные методы переработки нефти и газа. - М.: Химия, 1972. - 360 с.

2. ГОСТ 2177-82. Нефтепродукты. Методы определения фракционного состава. - Взамен ГОСТ 2177-66; Введ. 01.01.83 // Сб. Нефтепродукты, методы испытаний. Часть 1. - М.:Изд-во стандартов. - 1987. - С. 287-311.

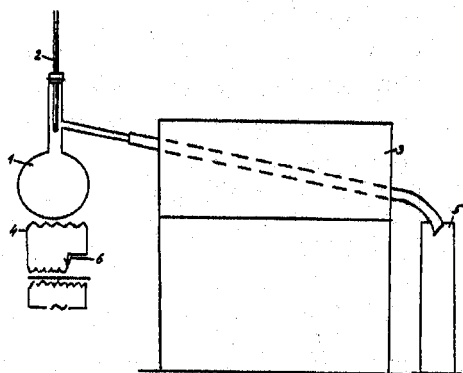
3. Фарзани Н.Г., Илясов Л.В., Азим-заде А.Ю. Технологические измерения и приборы: Учеб. для студ. вузов по спец. "Автоматизация технологических процессов и производств". - М.: Высш. шк. - 1989. - 456 с.

4. Фарзани Н.Г., Илясов Л.В. Эвапорграфический лабораторный анализатор нефтепродуктов // Химия и технология топлив и масел. - 1978. - N 3. - С. 52-56.

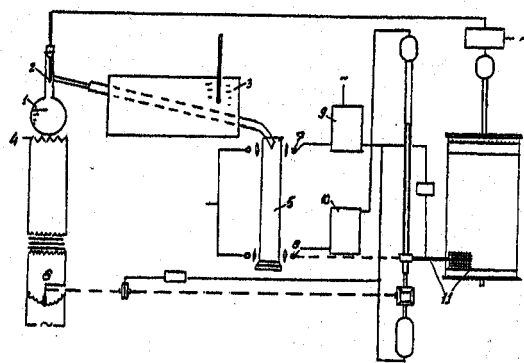
5. Азим-заде А.Ю., Фарзани Н.Г., Аббасова С.М. Аэрозольно-тепловой метод определения температуры конца кипения нефтепродуктов // Химия и технология топлив и масел. - 1997. - № 1. - С. 42-44.

6. Разработать и внедрить в учебный процесс автоматизированный курс для расчета свойств нефтепродуктов на основе данных их фракционной разгонки: Отчет по НИР (заключ.)// ПГУ; Руководитель работы Г.Н. Абаев; ГБ 2895. - Новополоцк, 1995. - 171 с.

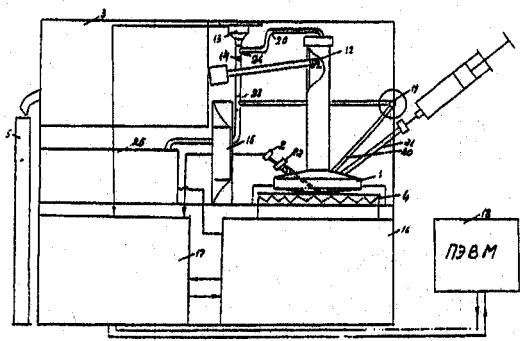
7. Лабораторный автомат для определения фракционного состава нефтепродуктов (ЛАФС): Техническое описание и инструкция по эксплуатации. Киевский завод аналитических приборов. - Киев. - 1966. - 60 с. (прототип).



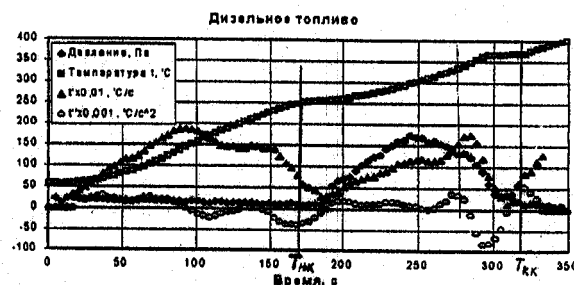
Фиг. 2



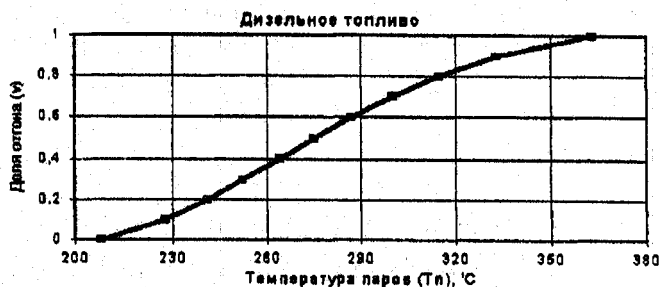
Фиг. 3



Фиг. 4



Фиг. 5



Фиг. 6