

# 蒸馏装置减压深拔实验研究及工业应用

董元成\*, 顾涛, 马涛, 文千

(中国石化天然气股份有限公司独山子石化分公司, 新疆独山子 833699)

**摘要:**采用短程分子蒸馏技术,对独山子石化公司蒸馏装置减压渣油进行了深拔分离,考察了不同拔出深度窄馏分的性质,并对按比例调和的宽馏分减压深拔重蜡油作为催化裂化装置原料的性质进行了分析评价,结果表明,蜡油Ⅱ终馏点达到600.80℃时,蜡油Ⅱ收率提高2.32%,残炭值达1.38%,已不能满足催化原料残炭值控制要求。拔出终馏点大于600℃后,残炭、金属含量等指标迅速上升,重蜡油已不能满足催化原料控制指标。在工业应用中,建议通过优化和调整蒸馏装置的操作,控制拔出深度和重蜡油残炭,达到增加催化裂化原料来源、改善全厂蜡油平衡的目的。

**关键词:**分子蒸馏;减压深拔;蜡油平衡;残炭

中图分类号:TQ014

文献标志码:A

文章编号:0253-4320(2017)11-0171-04

DOI:10.16606/j.cnki.issn.0253-4320.2017.11.039

## Experimental research and industrial application of deep vacuum distillation for distillation unit

DONG Yuan-cheng\*, GU Tao, MA Tao, WEN Qian

(Dushanzi Petrochemical Company, PetroChina Company Limited, Dushanzi 833699, China)

**Abstract:** The short-range molecular distillation technology is used to carry out deep vacuum distillation on vacuum residue oil from the distillation unit of Dushanzi Petrochemical Company. The properties of the narrow fractions under different distillation depth are analyzed and studied. The properties of heavy wax wide cuts from deep vacuum distillation, which is reconcile in proportion as FCC feedstock, are analyzed and evaluated. The results show that if the final boiling point of wax II reaches 600.80℃, the yield of wax II will increase 2.32% and carbon residue value will reach 1.38%, which has been unable to fit the control requirements of carbon residue value for FCC feedstock. When the final boiling point of distillation exceeds 600℃, the indexes of carbon residue and metal content rise rapidly, heavy wax oil has been unable to fit the control requirements for FCC feedstock. In industrial applications, it is proposed to control the depth of distillation and carbon residue of heavy wax oil through optimization and adjustment of operations of the distillation unit, finally to achieve the target of increasing the raw material source for FCC and improving the balance of wax oil in the whole plant.

**Key words:** molecular distillation; deep vacuum distillation; wax balance; carbon residue

目前,在实验室常采用实沸点蒸馏方法对原油进行分析评价,由于该方法受系统真空度影响(一般只能达到13.3 Pa),馏分切割温度往往只能达到550℃左右(根据原油性质与组成情况略有差异)。但对于原油中深拔重蜡油与减压渣油馏分而言,由于其组成与结构复杂,沸点高,受热易分解,采用目前常用的实沸点蒸馏方法难以分离<sup>[1]</sup>。分子蒸馏技术由于具有高真空度、蒸馏压力低(约为0.1 Pa)、受热时间短、操作温度低、分离效率高等优点<sup>[2]</sup>,容易实现油品轻、重组分在较低温度下分离<sup>[3]</sup>,较适合用于油品减压深拔研究。本文中的研究利用分子蒸馏技术对减压渣油进行分离,获得了不同拔出深度的重蜡油窄馏分、宽馏分,并对其性质进行了分析研究,为工业装置减压深拔的顺利实施,催化裂化合理利用深拔重蜡油提供了大量基础数据和技术支持。

原油(末站哈油和北疆原油)、蜡油Ⅱ及减压渣油馏分,各原料主要性质分析见表1、表2。

表1 实验原料主要性质分析

分析项目	混合原油	蜡油Ⅱ	减压渣油
密度(20℃)/(kg·m <sup>-3</sup> )	830.2	906.6	966.5
运动黏度(20℃)/(mm <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup> )	8.314	16.76	—
酸值/(mg·g <sup>-1</sup> )	0.21	0.3	0.1
ω(硫)/%	0.41	0.67	0.97
ω(氮)/%	0.09	0.18	0.52
盐含量/(mg·L <sup>-1</sup> )	33	—	—
ω(残炭)/%	1.68	0.88	12.2
ω(金属)/(mg·kg <sup>-1</sup> )			
Fe	3.92	5.09	14.6
Cu	0.12	0.1	0.24
Ni	3.75	0.36	31.8
V	3.06	0.01	26

表2 蜡油Ⅱ馏分馏程数据

蜡油Ⅱ	IBP	5%	10%	30%	50%	70%	90%	FBP
馏程/℃	339.5	439.5	464.5	504.6	524.6	544.1	—	588.2

## 1 实验部分

### 1.1 实验原料

实验原料为独山子1 000万 t/a 蒸馏装置混合

## 1.2 实验设备

本文中的深拔试验设备是刮膜式短程分子蒸馏仪,最低操作压力可以达到 0.1 Pa。

## 1.3 实验步骤

以减压渣油为原料,使用短程分子蒸馏仪,通过调节短程分子蒸馏仪操作条件,获得不同拔出率的深拔窄馏分,将蜡油 II 与深拔窄馏分按比例调和为不同拔出率的减压深拔重蜡油(HVGO),并对调和减压深拔重蜡油性质进行分析和评价。

## 2 实验结果和讨论

### 2.1 分子蒸馏仪不同实验条件下的减压拔出率

表 3 获得了减压拔出率提高 2.32%、2.78%、3.57%、4.42% 4 种拔出率的数据。从表 3 的数据分析可以看到,在相同的进料速率下,影响拔出率的主要因素是蒸发器温度和系统残压。在系统残压相同的情况下,蒸发器温度越高,相应的拔出率越高;在相同的温度下,系统残压越低,拔出率越高<sup>[4]</sup>。当然,在一定的温度下,系统残压受到进料速率、减压渣油组成、蒸发器温度、实验装置抽真空系统能力等因素的制约,因此,为了获得预期的拔出率,需要对上述试验条件摸索,并获得最佳的操作条件。

表 3 分子蒸馏仪不同实验条件下的减压拔出率

项目	深拔窄馏分-1	深拔窄馏分-2	深拔窄馏分-3	深拔窄馏分-4
蒸发器温度/°C	254.0	261.5	272.0	285.0
残压/Pa	0.2~0.35	0.2~0.5	0.2~0.5	0.2~0.5
进料速率/Hz	10.1	10.1	10.1	10.1
原料温度/°C	140	140	140	140
轻馏分温度/°C	75	75	75	75
重馏分温度/°C	140	140	140	140
冷阱温度/°C	-30	-30	-30	-30
转速/(r·min <sup>-1</sup> )	365	365	365	365
$\Omega$ [轻馏分收率(对减渣)]/%	17.16	20.58	26.39	32.72
$\Omega$ [轻馏分收率(对原油)]/%	2.32	2.78	3.57	4.42

### 2.2 减压深拔重蜡油性质分析

混合原油深拔前蜡油 II 馏分段的收率为 7.5%,对应减压渣油收率为 13.51%。减压深拔后重蜡油馏分段 HVGO-1,2,3,4 的收率比未深拔前的蜡油 II 收率分别提高至 9.82%、10.28%、

11.07%、11.92%,对应的减压渣油收率分别为 11.19%、10.73%、9.94%、9.09%。HVGO-1,2,3,4 的终馏点从 588.2°C 分别提高至 602.7、600.8、610.3、618.0°C。深拔后 HVGO-1,2,3,4 的密度、硫含量、氮含量、金属 Ni+V、残炭含量均随着拔出深度的增加而有所上升。表 4 为减压深拔蜡油 II 馏分段性质分析。

表 4 减压深拔蜡油 II 馏分段性质分析

项目	混合原油蜡油II	HVGO-1	HVGO-2	HVGO-3	HVGO-4
$\Omega$ [收率(对原油)]/%	7.5	9.82	10.28	11.07	11.92
密度(20°C)/(kg·m <sup>-3</sup> )	906.6	918.9	918.8	920.5	921.4
酸值/(mg·g <sup>-1</sup> )	0.3	0.32	0.32	0.30	0.28
硫(质量分数)/%	0.67	0.96	0.97	0.98	0.99
氮(质量分数)/%	0.18	0.23	0.25	0.26	0.30
残炭(质量分数)/%	0.88	1.38	1.58	1.74	2.48
金属/( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )					
Ni	0.36	0.40	0.88	1.04	1.99
V	0.01	0.38	0.45	0.84	2.00
组成(质量分数)/%					
饱和烃	69.93	68.88	55.86	57.74	53.60
芳烃	23.45	21.06	33.58	30.18	35.07
胶质	6.26	10.06	10.56	12.08	11.33
馏程/°C					
IBP	339.5	371.6	370.8	375.4	377.6
FBP	588.2	600.8	602.7	610.3	618.0

从表 4 可以看到,随着深拔蜡油 II 馏分段的收率不断增加,硫含量从 0.67% 上升至最高 0.99%,上升明显。但对应收率从 9.82% 提高至 11.92% 时(对应蜡油 II 终馏点从 602.7°C 提高至 618.0°C),硫含量整体变化不大,从 0.96% 上升至 0.99%。这表明在 602.7~618.0°C 的馏分段硫含量分布比较平均,随着沸点的提高,硫含量总水平变化不大。催化裂化原料与催化裂化汽油之间的硫传递系数通常在 15~20<sup>[5]</sup>,若硫传递系数以 15 计,预计 FCC 汽油的硫含量大致在 447~660  $\mu\text{g}/\text{g}$ 。因此,若只是针对目前较低水平硫含量的角度分析,深拔前后对催化裂化加工过程影响不大,但需要密切关注随着原油硫含量上升后,FCC 汽柴油硫含量上升对后续汽柴油加氢精制装置的影响。

蜡油 II 终馏点从 588.2°C 提高至 618.0°C 时,氮含量从 0.18% 提高至 0.30%,已处于较高水平。催

化裂化催化剂对氮含量,尤其是碱性氮含量非常敏感,碱性氮会与催化裂化催化剂的酸性中心发生反应,造成催化裂化催化剂活性下降甚至失活,严重影响催化裂化产品分布。因此,随着拔出率的提高,氮含量和碱性氮含量随之上升,必须密切关注氮、碱氮对催化裂化的影响,尤其是催化剂活性的失活速率以及烟气中氮氧化物含量的变化。

对应深拔后蜡油Ⅱ的残炭值从0.88%上升至最高2.48%。由于独山子石化公司催化裂化为蜡油催化裂化装置,没有外取热设施,因此,按照原先催化裂化原料残炭指标控制在 $\geq 0.9\%$ ,考虑与其他原料掺炼,将蜡油Ⅱ馏分残炭值指标控制为 $\geq 1.1\%$ <sup>[6]</sup>。目前,随着蜡油预加氢装置投产,残炭已控制到了 $\geq 1.7\%$ ,根据残炭指标来说,进行减压深拔还有较大温度上升空间。

Ni+V含量从0.37  $\mu\text{g/g}$ 上升至最高3.99  $\mu\text{g/g}$ ,尤其是深拔拔出率提高3%左右后,Ni+V含量迅速上升。因此,在拔出率提高后,必须密切关注金属含量上升对催化裂化加工过程产生的不利影响,做好钝化剂加入工作。金属Ni含量的上升,会增加催化裂化反应裂化深度,增加干气产率,焦炭产率上升,催化裂化产品分布变差;金属V会吸附沉积在催化裂化分子筛催化剂微孔表面,破坏分子筛催化剂微孔结构,最终造成催化剂完全失活。根据不同收率下深拔蜡油Ⅱ对应的金属含量关系分析,建议将蜡油Ⅱ收率控制在 $\geq 10\%$ 左右,以控制金属Ni+V的含量迅速上升,避免对催化裂化过程造成较大不利影响。综上所述,按照实验室得出结论,独山子加工原油还有一定的减压深拔空间。

### 2.3 工业应用情况

独山子石化1000万t炼油蒸馏装置采用初馏塔、常压炉、常压塔、减压炉、减压塔两炉三塔工艺流程。减压蒸馏部分主要包括减压炉、减压塔,由转油

线连接,另还有塔底塔顶系统和减顶气脱硫塔及相关循环回流,减压塔采取“干式”操作,塔底不设蒸汽汽提,对塔下部洗涤段填料进行冲洗油处理,为减小结焦的可能性,加热炉炉管内注入了少量蒸汽。减压炉出口温度设计值为 $\geq 436^\circ\text{C}$ (常压下 $575^\circ\text{C}$ )。装置从建成至今,按照减压炉出口温度接近设计值进行多次深拔,由于受加工原油种类变化,在深拔过程中一度出现减压炉燃料气压力较高于设计值,减压炉炉膛和炉管温度偏高,减压不凝气量过大,减压塔顶压力不稳等因素造成洗涤段填料和炉管结焦情况。所以一直不能按照设计值稳定操作,装置减压深拔温度大部分在 $550^\circ\text{C}$ 左右。

如何避免减压炉炉管及减压塔洗涤段填料结焦是减压深拔长周期运行的关键,经过相关工业装置数据收集和上述深拔试验研究结果表明,炉管的结焦速率与油品性质和操作条件密切相关。流体的黏度越大,质量流速越小,结焦前体物向流动主体的扩散就越困难,炉管越容易结焦。工业装置设计深拔减压炉出口温度及减压塔操作条件均是在纯哈国原油基础上设计,与当前加工混合原油性质差别较大,因此,首先应分析出当前加工原油对应的减压炉出口温度,避免油品发生裂解现象,同时优化减压塔操作,在提高拔出率的前提下,避免洗涤段填料结焦,使减压部分装置长周期运行。减压塔的优化主要是优化减压塔的运行周期,提高产品质量及收率,而影响减压塔长周期运行及产品质量的主要原因为洗涤段填料结焦;减压塔洗涤段是对闪蒸上来的油气进行洗涤,除去油气中夹带的重组分、重金属、残炭和沥青质,保证蜡油质量满足要求。由于该处气相负荷大、液相负荷小,使得该段填料容易结焦。

#### 2.3.1 减压炉出口温度与洗涤段填料压降

统计2013年1月—2015年11月减压炉出口温度与洗涤段填料压降,见表5。

表5 2013年1月—2015年11月洗涤段压降与减压炉出口温度

日期	2013.1	2013.2	2013.3	2013.4	2013.5	2013.6	2013.7	2013.8	2013.9	2013.10	2013.11
减压炉出口温度/ $^\circ\text{C}$	422.6	418.7	417.5	414.9	413.9	413.8	409.50	407.9	414.7	412.1	414.8
洗涤段压降/kPa	0.242	0.221	0.257	0.285	0.271	0.274	0.287	0.25	0.30	0.291	0.300
日期	2013.12	2014.1	2014.2	2014.3	2014.4	2014.5	2014.6	2014.7	2014.8	2014.9	2014.10
减压炉出口温度/ $^\circ\text{C}$	415.7	416.6	417.2	417.8	417.7	418.1	418.6	417.3	418.3	418.0	418.7
洗涤段压降/kPa	0.316	0.330	0.351	0.375	0.393	0.406	0.435	0.465	0.474	0.480	0.474
日期	2014.11	2014.12	2015.1	2015.2	2015.3	2015.6	2015.7	2015.8	2015.9	2015.10	2015.11
减压炉出口温度/ $^\circ\text{C}$	417.9	419.4	420.9	420.6	419.1	419.7	417.0	417.1	420.0	418.5	419.7
洗涤段压降/kPa	0.493	0.513	0.485	0.518	0.517	0.137	0.174	0.113	0.160	0.290	0.165

由表 5 可以看出,由于装置开工周期的延长,减压塔洗涤段填料压降总体呈现缓慢上升的趋势,减压炉出口温度调整变化对其影响不大,表明填料结焦存在不可逆性;只是会造成压降上升速度较快;减压炉出口温度在 415℃ 以下时,洗涤段填料压降较为平稳,维持在 0.3 kPa 左右,减压炉出口温度降到 410℃ 以下,洗涤油填料层压降也降至 0.25 kPa 左右,减压炉出口温度提高到 418℃ 左右,洗涤段填料压降上升趋势也较快,从 0.3 kPa 左右上升到 0.45 kPa;减压炉出口温度提高到 420℃ 以上,此段时间洗涤段填料压降也上升到 0.5 kPa 以上。

### 2.3.2 减压炉出口温度与洗涤段填料压降上升速率

统计 2013 年 1 月—2014 年 8 月减压炉出口温度与洗涤段填料压降上升速率的对应关系,见表 6。

表 6 减压炉出口温度与洗涤段填料压降上升速率对应关系

日期	减压炉出口温度/℃	压降上升速率/(kPa·m <sup>-1</sup> )
2013.1—2013.4	422	0
2013.4—2013.5	418	0.0091
2013.5—2013.7	411	0.0067
2013.7—2013.12	415.7	0.0041
2014.1—2014.4	417.7	0.0191
2014.4—2014.6	418.6	0.0209
2014.6—2014.8	418.3	0.022

由表 6 看出,2013 年年初减压炉出口温度在 422℃,造成压降上升速度较快,为 0.009 1 kPa/月;到 2013 年 7 月,减压炉出口温度进一步降至 410℃ 左右;压降速率有所下降,从 7 月中旬到 2014 年 8 月减压炉出口温度升高至 418℃ 左右时,填料层压降上升速度达到 0.02 kPa/月左右,是 2013 年 1—4 月的 2 倍,是 2013 年下半年的 4.5 倍左右;2014 年 4—6 月填料层压降上升速度达到 0.020 9 kPa/月,是 2013 年 1—4 月的 2.3 倍,是 2013 年下半年的 5 倍左右,表明后期洗涤段填料压降上升速率有所加快。

2015 年,1 000 万 t/a 蒸馏装置进行检修,通过对减压塔洗涤段填料进行更换,结合实验室数

据以及统计以往加工的数据等措施,通过加强减压塔进料温度、压力、洗涤段填料压降、床层温度、洗涤油回流量、回流温度、减顶压力及减顶不凝气量监控,调整洗涤油量、洗涤油回流温度并严格控制减压炉管温度,目前进行减压深拔,减压炉出口温度控制在 426℃ (常压 580℃ 以上),达到国内同行领先水平。

### 3 结论

(1) 采用短程分子蒸馏技术对独山子石化加工混合原油的减压渣油进行深拔研究表明,深拔温度 600℃ 之前,深拔重蜡油性质变化平缓,大于 600℃ 后,残炭、金属含量等指标迅速上升,性质变化剧烈,已不能满足催化原料控制指标。蜡油 II 终馏点达到 600.8℃ 时,蜡油 II 收率可以提高 2.32%,残炭值达 1.38%,已不能满足催化原料残炭值控制要求,在实际操作中,建议应当控制深拔重蜡油终馏点不大于 600℃。

(2) 目前,独山子石化 1 000 万 t 常减压蒸馏装置减压深拔温度在 580℃ 左右,减压深拔作为一个系统工程,影响因素较多,既要考虑上下游平衡,又要关注设备结焦等核心问题。在操作实施过程中,应密切跟踪相关监控数据,优化操作,通盘考虑,为防止减压炉炉管、减压塔内件结焦,需要通过生产运行,多方参考评估,才能获取防止结焦控制的最佳运行参数,只有在安全操作区内运行,才能保证效益最大化和长周期运行。

### 参考文献

- [1] 庄肃青,畅广西,张海燕.常减压蒸馏装置的减压深拔技术[J].炼油技术与工程,2010,40(5):6-8.
- [2] 冯武文,杨村,于宏奇.分子蒸馏技术与日用化工(I)——分子蒸馏技术的原理及特点[J].日用化学工业,2002,32(5):74-76.
- [3] 陈芬芬,王京.分子蒸馏技术及其在渣油分离中的应用[J].石化技术与应用,2010,28(3):253-256.
- [4] 金丽萍.常减压装置减压深拔的工艺优化[J].石油化工技术与经济,2010,26(3):49-53.
- [5] 曹湘洪.我国蜡油及渣油加工应大力发展加氢型装置[J].石油炼制与化工,2004,6(35):1-12.
- [6] 郑仁新,吴永强,胡明.独山子石化公司催化车间 I 催化装置操作规程[Z].2005,9-20. ■