


007

Утверждаю  
Главный инженер  
ОАО «Славнефть-ЯНОС»

  
«16» 03 2018 г. Н.Н. Вахромов

### Техническое задание

На выполнение работ по реагентной очистке  
технологического оборудования (ребойлера Т-20 установки АВТ-3).

№ п/п	Перечень основных данных и требований	Характеристика основных данных и требований
1.	Наименование Заказчика	Открытое акционерное общество «Славнефть-Ярославнефтеоргсинтез»
2.	Наименование объекта, цех	Установка АВТ-3, цех№1
3.	Наименование работ	Выполнение работ по реагентной очистке ребойлера Т-20 в период пропарки оборудования.
4.	Цель работы	Удаление отложений гетероциклических сероорганических соединений на внутренней поверхности пучка ребойлера Т-20 (межтрубное пространство), образуемых при взаимодействии формальдегидсодержащих поглотителей сероводорода с сероводородом, увеличение температуры низа колонны К-4 не менее чем на 8 °С от температуры зафиксированной перед остановом ребойлера.
5.	Сроки выполнения работ	3-4 квартал 2018 года
6.	Характеристика объекта	Ребойлер Т-20 предназначен для подогрева куба колонны К-4 блока стабилизации. Ребойлер Т-20 горизонтальный подогрев осуществляется II-Ц.О. колонны К-2 по трубному пространству теплообменника.
7.	Режим работы производства, межремонтный пробег	Круглосуточный, непрерывный, ремонт 1 раз в 3 года
8.	Сырье и получаемые продукты	Сырье - Нестабильный бензин с емкостей Е-1, Е-2 атмосферного блока установки АВТ-3. Продукт – стабильный бензин согласно СТО-ТО-8-2015
9.	Исходные данные, выдаваемые заказчиком	9.1 Принципиальная схема блока стабилизации (приложение №1) 9.2. Отчет о научно-исследовательской работе. Проведение исследований отложений установки АВТ-3, Т-20 (приложение№2)
10.	Требования к реагентной очистке оборудования	10.1. Исключить нанесение коррозионных и эрозийных повреждений металлу трубного пучка и корпуса ребойлера Т-20, колонны К-4 , приборам КИП. 10.2. Исключить нанесение вреда окружающей среде. 10.3. Время пропарки с момента прогрева ребойлера до 100°С не более 18 часов.
11.	Требования к объему документации предложения	11.1 Описание технологии проведения работ. 11.2 Описание схемы подключения необходимого оборудования на установке. 11.3 Перечень необходимого оборудования для проведения очистки, предоставляемого подрядчиком. 11.4 Перечень необходимых энергоносителей (пар, вода, технический воздух, электроэнергия и т.д. 11.5 Стоимость работ по очистке оборудования, включая стоимость реагентов, транспортные расходы, пребывание специалистов подрядчика на площадке установки. 11.6 Предоставление сертификатов на применяемые материалы. 11.7 Референц-лист на проведение аналогичных работ на территории РФ. 11.8 Расчетные и гарантийные показатели и ответственность

№ п/п	Перечень основных данных и требований	Характеристика основных данных и требований
12.	Срок выдачи предложения	Срок передачи предложения – в течение 2-х недель с момента настоящего запроса.
13.	Особые условия	Предоставление дополнительной информации от Заказчика по официальному запросу Поставщика.

Приложение №1. Принципиальная схема блока стабилизации

Приложение №2. Отчет о научно-исследовательской работе. Проведение исследований отложенной установки АВТ-3, Т-20

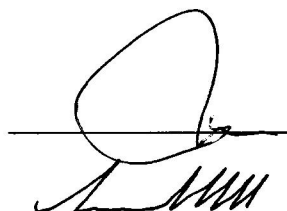
Главный специалист по процессу

Зам. главного инженера по ОП и ТБ

Зам. главного инженера по производственному контролю

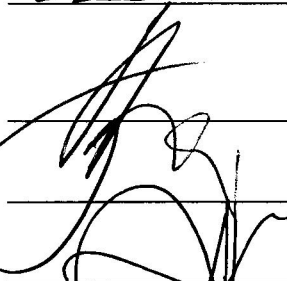
Главный механик

Заказчик: начальник цеха №1



А.В. Пискунов

Н.Н. Леонов

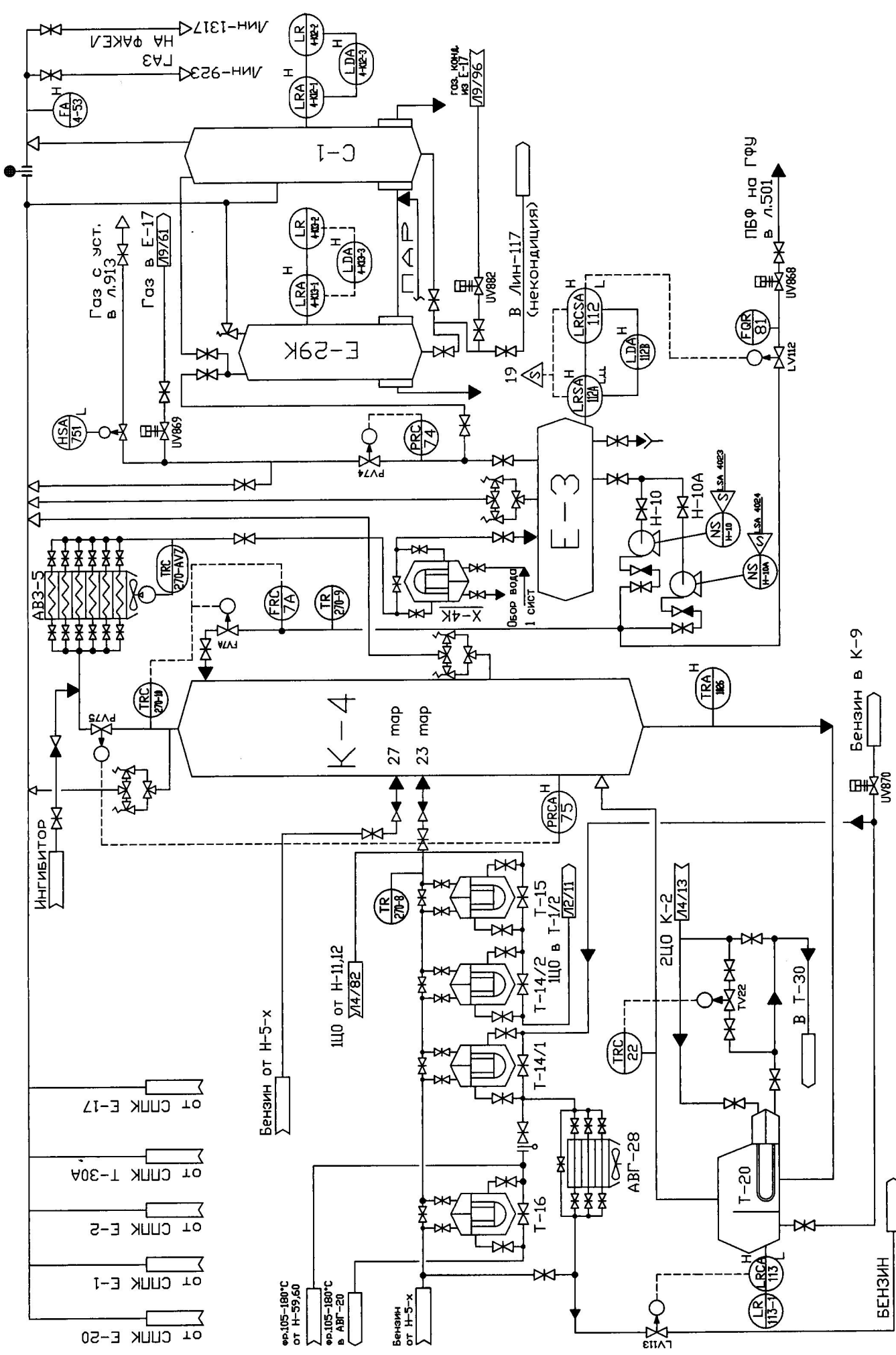


А.В. Лозинский

Д.П. Кучин

М.И. Пихтов

Примечание



Имя разработчика	Павел Л. А.
Имя инженера	Павел Л. А.
Имя архитектора	Павел Л. А.
Имя оператора	Павел Л. А.
Имя пользователя	Павел Л. А.
Имя администратора	Павел Л. А.

Имя разработчика	Павел Л. А.
Имя инженера	Павел Л. А.
Имя архитектора	Павел Л. А.
Имя оператора	Павел Л. А.
Имя пользователя	Павел Л. А.
Имя администратора	Павел Л. А.

Имя разработчика	Павел Л. А.
Имя инженера	Павел Л. А.
Имя архитектора	Павел Л. А.
Имя оператора	Павел Л. А.
Имя пользователя	Павел Л. А.
Имя администратора	Павел Л. А.


Приложение 2

ПАО «НК «Роснефть»  
Акционерное общество  
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
ПО ПЕРЕРАБОТКЕ НЕФТИ  
(АО «ВНИИ НП»)

УДК 54.41, 543.5, 54.0

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор АО «ВНИИ НП»  
К. А. Овчинников  
« 11 января 2018 г. »





ОТЧЕТ О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

Проведение исследований отложений установки АВТ-3, Т-20  
ОАО «Славнефть-ЯНОС»

Х.Д. № 4954/13.2/222

Начальник отдела контроля качества и  
физических методов исследования, д-р техн. наук

Заместитель генерального директора по науке,  
д-р хим. наук

  
\_\_\_\_\_  
подпись, дата  
  
\_\_\_\_\_  
подпись, дата

Е.И. Алаторцев

П.А. Никольшин

Москва 2018

### Список исполнителей

Зав. лабораторией физических методов исследования, канд. хим. наук	<hr/> подпись, дата	Е.В. Подлеснова
Ст. науч. сотр. канд. хим. наук	<hr/> подпись, дата	С.М. Яновский
Гл. науч. сотр. лаборатории физических методов исследования, д-р. хим. наук.	<hr/> подпись, дата	С.А. Леонтьева
Ведущий специалист	<hr/> подпись, дата	И. К. Макарова
Мл. науч. сотр.	<hr/> подпись, дата	А.А. Ботин
Инженер	<hr/> подпись, дата	А.А. Дмитриева

# ЗАКЛЮЧЕНИЕ

## по результатам проведения исследований отложений установки АВТ-3, Т-20 ОАО «Славнефть-ЯНОС»

1. Цель исследования: Исследование состава отложений установки АВТ-3, Т-20 по договору № 4954/13.2/222 в соответствии с ТЗ (Приложение 1).

2. Объекты исследования  
Образец отложений установки АВТ-3, Т-20 (Приложение 2).

3. Задачи исследования  
3.1. Визуальный анализ представленного образца отложений установки АВТ-3, Т-20.

3.2. Определение состава предоставленного образца отложений установки АВТ-3, Т-20:

методом хроматографии на газовом хроматографе «Хроматэк – Кристалл 5000.1» с пламенно-фотометрическим детектором по методу п.4.1 Заключения;

методом хромато-масс-спектрометрии на газовом хроматографе «Хроматэк – Кристалл 5000.2» (исполнение ХМС) с детектором масс-спектрометрическим по методу п.4.2 Заключения.

4. Методы исследования  
4.1. Исследование отложений на содержание полиметиленсульфидов  
Исследование отложений проводится на газовом хроматографе «Кристалл 5000.2» с пламенно-фотометрическим детектором.

Исследования отложений, полученных по п.3.1 Заключения, хроматографе «Хроматэк – Кристалл 5000.2» с пламенно-фотометрическим детектором в следующих условиях:

Таблица 1

Инжектор	
Температура, °С	230
Деление потока	1:21,6
Давление, кПа	30
Лайнер (вкладыш)	Дезактивированное стекло
Наполнитель лайнера	Стекловолокно
Объем пробы, мкл	0,2 – 1,0
Детектор ПФД	
Температура, °С	160
Расход воздуха мл/мин	40
Расход водорода мл/мин	140
Термостат колонки	
Начальная температура колонки, °С	40
Время первой изотермы, мин	5
Скорость программирования термостата ко-	

лонки, °С/мин	20
Вторая изотерма, °С	80
Время второй изотермы, мин	5
Скорость программирования термостата колонки, °С/мин	10
Третья изотерма, °С	100
Время третьей изотермы, мин	12
Скорость программирования термостата колонки, °С/мин	3
Конечная температура, °С	125
Время конечной изотермы, мин	10
Время включения обратной продувки, сек	444
Колонка	
Длина, м	30
Внутренний диаметр, мм	0,53
Толщина пленки, мкм	5
Диапазон температур, °С	30 – 280/300
Неподвижная фаза	5% фенил 95% диметилполисилоксан
Общее время анализа, мин	46,33

#### 4.2. Исследование отложений методом хромато-масс-спектрометрии

Исследование отложений, полученных по п.3.1 Заключения, проводится на газовом хроматографе «Хроматэк – Кристалл 5000.2» (исполнение ХМС) с детектором масс-спектрометрическим в следующих условиях:

- тип ионизации – электронная ионизация с энергией электронов 70 эВ;
- колонка – SolGel-1ms, длина колонки – 30м, диаметр колонки 0,25мм;
- начальная температура колонки 40°С в течение 3 минут, затем программирование температуры со скоростью 15 °С/мин до 250°С;
- температура порта ввода – 250 °С;
- температура переходной линии – 270 °С, температура источника ионов – 220 °С;
- газ-носитель – гелий, марка – 6,0, давление – 50,696 кПа;
- деление потока при дозировании пробы – 1:200, объем пробы – 0,2 мкл;
- диапазон сканирования масс – 45-600;
- начало сканирования через 3 минуты после старта анализа.

#### 5. Результаты исследования

5.1. Поступивший на исследования образец отложений образца отложений установки АВТ-3, Т-20 представляет собой мелкодисперсный порошок серого цвета с характерным запахом.

5.2 Для определения состава отложений, были проведены исследования методами:

хроматографии на газовом хроматографе «Хроматэк – Кристалл 5000.2» с пламенно-фотометрическим детектором по методу п.4.6 Заключения;

хромато-масс-спектрометрии на газовом хроматографе «Хроматэк – Кристалл 5000.2» (исполнение ХМС) с детектором масс-спектрометрическим по методу п.4.1 Заключения.

Пробоподготовка: образец отложений был смешан с метиленхлоридом в отношении 1:50 по массе. Небольшая часть отложений растворилась.

Растворившаяся часть отложений была исследована на газовом хроматографе «Кристалл 5000.2» с масс-спектрометрическим детектором.

Полученная хроматограмма представлена на рис. 1:

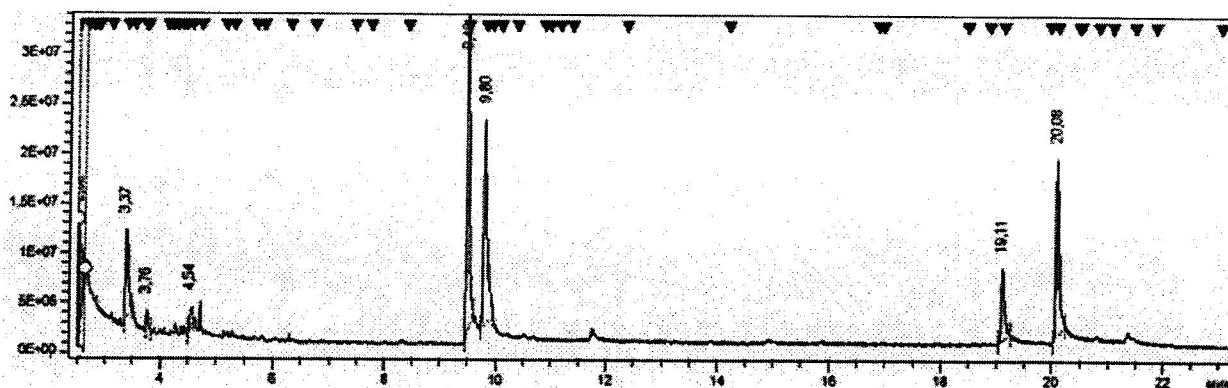


Рисунок 1 Хроматограмма отложений, полученная методом ГХ/МС

Были обнаружены легкие углеводороды в незначительных концентрациях. Значительные пики на хроматограмме соответствуют серосодержащим соединениям различного состава, масс-спектры которых представлены на рисунках 2-6.

Идентификация компонентов:

1. Время выхода – 3,370 мин

Полученный масс-спектр:

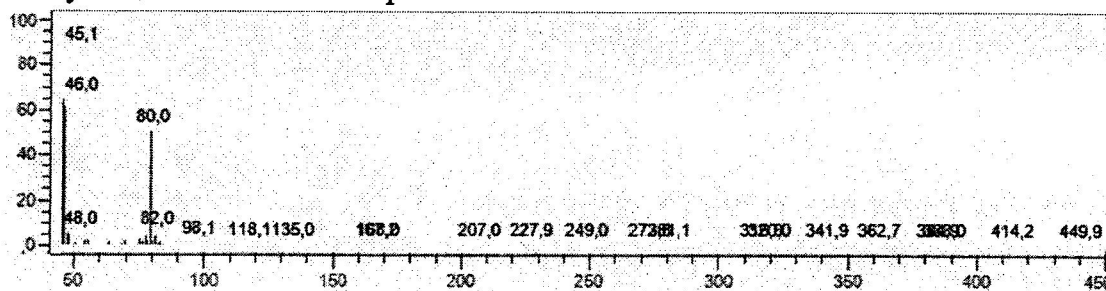
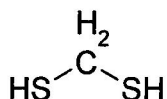


Рисунок 2. Масс-спектр обнаруженного соединения

Идентифицированное соединение:



2. Время выхода – 9,490 мин

Полученный масс-спектр:



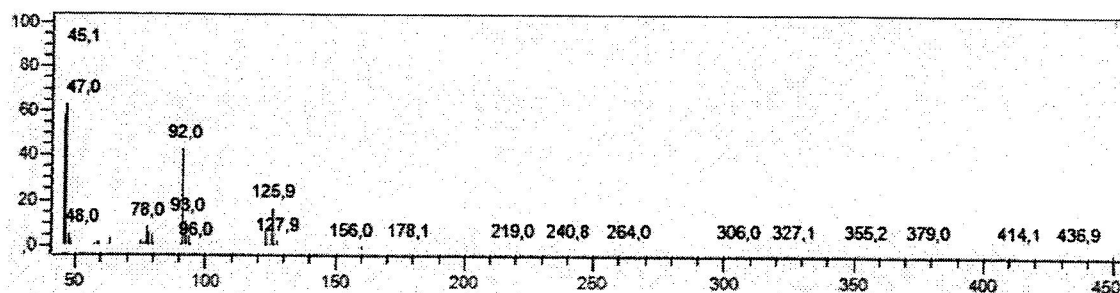
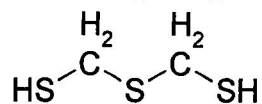


Рисунок 3 Масс-спектр обнаруженного соединения

Идентифицированное соединение:



3. Время выхода – 9.800 мин

Полученный масс-спектр:

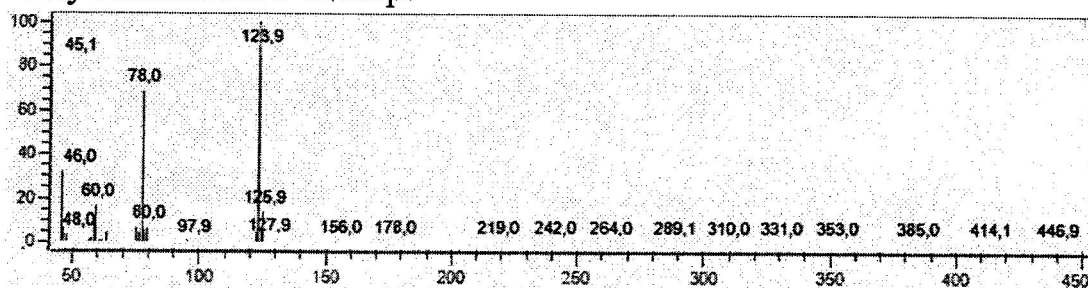
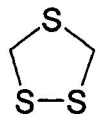


Рисунок 4. Масс-спектр обнаруженного соединения

Идентифицированное соединение:



- 1,2,4-тритиолан

4. Время выхода – 19,110 мин

Полученный масс-спектр:

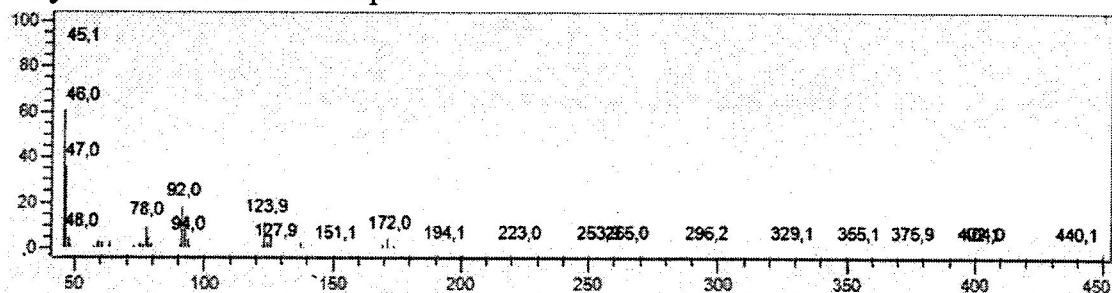
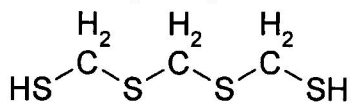


Рисунок 5. Масс-спектр обнаруженного соединения

Идентифицированное соединение:



5. Время выхода – 20.080 мин

Полученный масс-спектр:

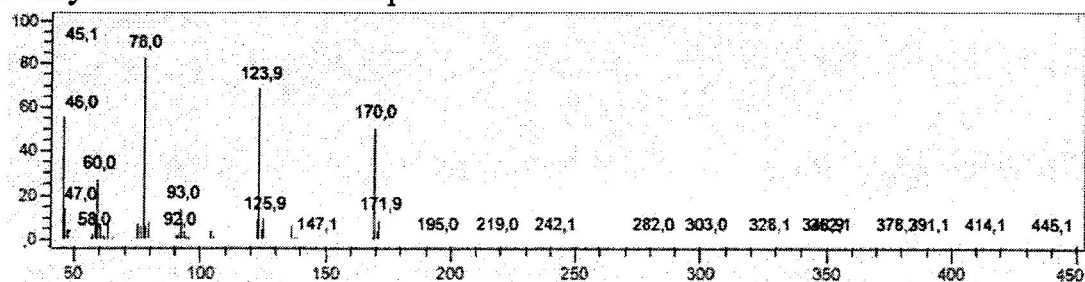
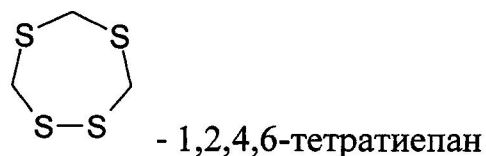


Рисунок 6. Масс-спектр обнаруженного соединения

Идентифицированное соединение:



5.3 Для определения концентрации 1,2,4-тритиолана растворившаяся часть была проанализирована на газовом хроматографе «Кристалл 5000.2» с пламенно-фотометрическим детектором. Полученная хроматограмма представлена на рисунке 7.

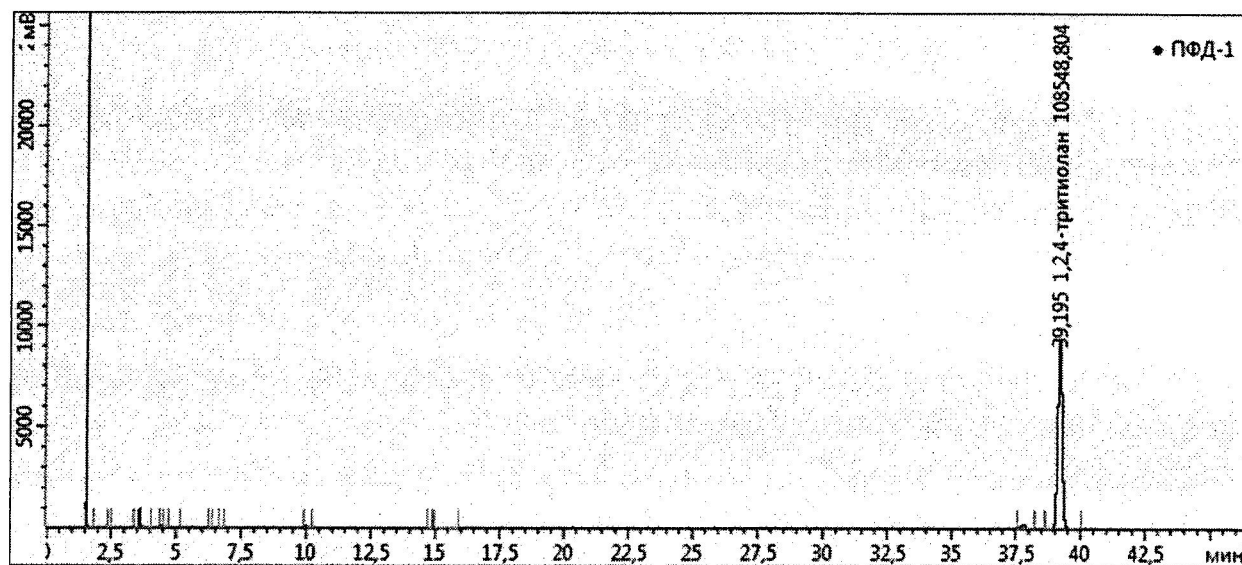


Рисунок 7. Хроматограмма содержания тритиолана в образце отложений

1,2,4-тритиолан хорошо растворяется в метиленхлориде, поэтому весь 1,2,4-тритиолан, присутствовавший в отложениях перешел в раствор. Поэтому на основании результатов хроматограммы и соотношения отложения: растворитель можно рассчитать концентрацию 1,2,4-тритиолана в отложениях.

Концентрация 1,2,4 тритиолана в отложениях: 1,93 % масс.

## Выводы

1. На основании проведенных исследований можно сделать вывод, что отложения представляют из себя смесь гетероциклических сераорганических соединений.

2 Данные соединения представляют собой продукты взаимодействия формальдегидсодержащих поглотителей сероводорода с сероводородом, механизм образования которых представлен на рисунке 8:

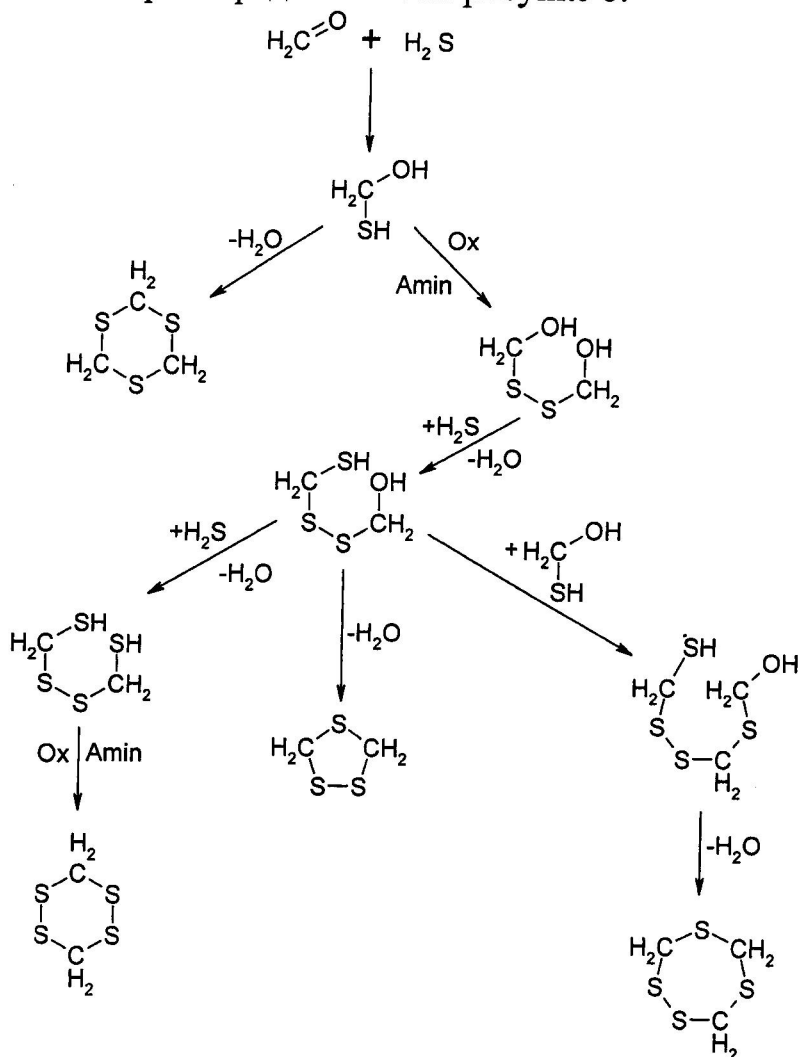


Рисунок 8 – Схема образования циклических серосодержащих соединений

3. Для разработки рекомендаций по снижению и/или предотвращению образования отложений необходимо проведение дополнительных исследований сырья, а так же технологических режимов работы установки АВТ-6.