

Таблица 1. Результаты гидрогенизации смолы (давление 5,0 МПа, $\tau = 15$ мин, смола : нефтяной пастообразователь = 1:1, лабораторная установка высокого давления)

Показатели процесса	Температура, °С	Выход жидких продуктов, % (мас.), с $t_{кип}$ °С			Суммарный выход дистилятных фракций, %	Газ + H ₂ O, % (мас.)	Шлам, % (мас.)	Потери, % (мас.)
		до 180	180–250	250–320				
Без катализатора и добавок серы	350	5,3	11,4	13,2	29,9	36,0	16,2	17,9
	400	7,8	15,3	24,0	47,1	36,3	9,1	7,5
	450	10,3	7,6	12,9	30,8	36,0	19,3	13,9
<i>С применением наногетерогенных Ni- и Mo-содержащих катализаторов</i>								
0,025%Ni + 0,03% S	350	2,3	15,8	43,4	61,5	15,5	14,1	8,9
	400	2,7	23,2	52,4	78,3	8,7	9,0	4,0
	450	2,8	17,0	48,4	68,2	15,5	13,3	3,0
0,025%Mo + 0,03% S	350	2,3	15,2	42,0	58,5	22,8	14,5	4,2
	400	2,7	22,8	52,3	76,8	8,2	9,2	5,8
	450	2,8	11,5	38,8	51,5	26,4	14,2	7,9

давлении 2–3 МПа. Включали обогрев реактора и при достижении 150 °С перемешивающее устройство. Температуру измеряли термопарой и автоматически поддерживали с точностью ± 2 °С. Рабочее давление водорода составляло 5,0 МПа, температура 350–450 °С, время реакции 15 мин.

Эти технологические параметры были выбраны на основании результатов ранее выполненных нами исследований по гидрооблагораживанию каменноугольной смолы полукоксования угля Шубаркульского месторождения в присутствии наногетерогенного молибденсульфидного катализатора, синтезированного *in situ* из водного раствора парамолибдата аммония [13], в результате которых было установлено, что 5 МПа и 400 °С – оптимальные технологические параметры осуществления глубокой переработки смолы.

Результаты гидрогенизации смолы приведены в табл. 1, из которой видна близкая идентичность количества образующихся жидких продуктов гидрирования при применении Ni- и, взятого в качестве примера, Mo-содержащего катализаторов. Суммарный выход дистилятных фракций моторных топлив в присутствии молибденового катализатора составил максимально 76,8 % при температуре 400 °С. При гидрооблагораживании смолы в присутствии никелевого катализатора в аналогичных условиях выход жидких продуктов был несколько выше – 78,3 %.

С целью получения сырья для производства кокса гидрогенизаты смолы фильтровали при 180 °С под давлением 1,0 МПа через ткань бельтинг с двумя слоями фильтровальной бумаги при скорости фильтрования 14–15 кг/(мин·м²). Фильтраты разгоняли дистиляцией на фракции с $t_{кип}$ до 280 °С и остаток с $t_{кип}$ выше 280 °С (сырье для получения электродного кокса), который подвергали коксованию в лабораторном реакторе при конечной температуре 620 °С.

Выходы фильтратов составили 90 % для гидрогенизата, полученного в присутствии молибденового катализатора, и 94,5 % – в присутствии никелевого. Содержание в них твердых веществ было 1,7 и 1,3 %, соответственно, а содержание твердых веществ в осадке составляло 34,7 и 50,9 %, т. е. при применении никелевого катализатора получается гидрогенизат более пригодный для фильтрования.

Содержание Mo в фильтрате составляло 0,0003 %, в остатке фильтрования – 1,3 %, Ni – 0,0013 и 0,8 %, соответственно, что свидетельствует о том, что основное количество применяемого катализатора концентрируется в твердом остатке и может быть возвращено в процесс добавлением к новой порции смолы.

Результаты коксования дистилятов с температурой кипения выше 280 °С в лабораторном реакторе и характеристика полученного кокса приведены в табл. 2. Полученные жидкие продукты

Таблица 2. Результаты коксования фракций смолы с $t_{кип} > 280$ °С, полученных при гидрооблагораживании смолы в присутствии Ni-содержащего катализатора

Выход продуктов, % (мас.)			Характеристика кокса, %		
кокс	жидкие	газ + потери	A ^c	S _{общ}	V ^{daf}
46,0	41,3	12,7	0,13	0,16	8,4