

科技成果选编

KEJICHENGGUOXUANBIAN

山东胜利石油化工总厂科技情报委员会

一九七九年十二月

bx/p/24

TE-12
2
2

前 言

在英明领袖华主席为首的党中央领导下,在全国亿万人民高举毛主席的伟大旗帜,努力实现抓纲治国战略决策的进军中,英明领袖华主席亲自主持召开了全国科学技术大会并做了重要指示,反映了全党、全军、全国人民的心愿,反映了广大科学技术人员的心愿。全国科学大会的胜利召开是向科学技术现代化的进军号,是我国科学技术发展历史上一个光辉的里程碑。我们无不欢欣鼓舞,一定要以“可上九天揽月,可下五洋捉鳖”的英雄气概,为建设四个现代化的社会主义强国贡献自己的一切力量。

在举国上下一派大好形势下,为了总结交流经验,推动科学实验运动的发展,根据我厂所属各单位的推荐,并在有关同志的大力协助下,编辑出版了“科技成果选编”,供有关方面参考。

编入本册的有我厂广大职工近年来在“工业学大庆”运动中科学实验和革新、改造、挖潜等有关成果。内容分(一)石油炼制(二)石油化工(三)分析方法(四)三废治理及综合利用(五)仪器、设备及土建等五个部分。共87项。由于我们水平有限,了解情况不够深入全面,遗漏和错误之处请于批评指正。



A 790570

目 录

(一)石油炼制部分

- 1 重整后加氢采用铁—钨催化剂的应用报告·····(1)
- 2 胜利原油制润滑油初步试验结果·····(4)
- 3 胜利专用柴油加氢精制试验·····(10)
- 4 胜利焦化柴油加氢精制试验·····(13)
- 5 孤岛直馏柴油及 923 焦化柴油混合油加氢精制阶段小结·····(18)
- 6 专用柴油中微量水的脱除·····(20)
- 7 胜利焦化柴油加氢精制工业试运小结·····(22)
- 8 100 号甲道路沥青的生产工艺·····(25)
- 9 新型的脱硫醇催化剂——聚酞菁钴·····(27)
- 10 邻二甲苯分离·····(30)
- 11 湍球塔用于催化裂化干气吸收试验·····(34)
- 12 催化裂化装置挖潜改造·····(38)
- 13 原油电脱盐设备的改造·····(43)
- 14 焦化无焰加热炉改用梅花火咀·····(46)
- 15 汽油脱硫醇装置的改进·····(48)
- 16 气体分离装置的改造·····(50)
- 17 重整予加氢气提塔改为蒸馏脱水塔·····(51)
- 18 催化裂化再生器增设废热锅炉·····(53)
- 19 再生器烟气中一氧化碳的利用·····(56)

20	催化富气吸收解吸塔改造	(57)
21	联合装置烧热油	(58)
22	炼油设备防腐——脱四注	(59)
23	炼厂气—乙醇胺脱硫装置的防腐	(93)
24	新钢种在炼油装置上的应用	(65)
25	氧化沥青成型包装机械化	(67)

(二)石油化工部分

26	胜利1号抗烯烃蒸汽转化制氢催化剂试验报告	(69)
27	烧结型轻油加压蒸汽转化催化剂D—110的研制试验	(74)
28	以铂重整抽余油为原料胜利1号催化剂 加压蒸汽转化制氢中试	(79)
29	SL—1#催化剂使用情况	(83)
30	抽余油转化制氢	(86)
31	丁烯氧化脱氢污水循环中试试验	(88)
32	丙烯腈催化水合制丙烯酰胺及制得聚丙烯酰胺干粉 工艺流程的研究	(92)
33	5千吨/年催化水合法制聚丙烯酰胺装置投产	(97)
34	聚磷酸盐水质稳定剂的评选试验	(99)
35	氨合成塔触媒筐改造	(102)
36	氨水吸收制冷精馏塔的改造	(102)
37	合成氨尾气的回收	(103)
38	合成氨车间的几项革新	(104)

39 混烧拔头油、焦化干气保证大合成氨厂正常生产.....	(105)
40 以蒸汽为介质配氢还原二氧化锰.....	(107)
41 二段转化炉夹套软水回用.....	(107)
42 一段炉蒸气除碳.....	(108)
43 四聚丙烯生产过程的改进.....	(109)
44 炼油3#催化剂生产工艺的两项改革.....	(110)

(三)分析方法部分

45 胜利含水原油中C ₁ -C ₆ 烃色谱分析方法.....	(112)
46 用电导法测定原油中微量氯盐含量.....	(114)
47 用毛细管色谱法测定铂重整抽余油60~130℃ 馏份单体烃组成.....	(117)
48 微量总硫库伦分析试验.....	(119)
49 苯、甲苯溶剂中微量水的气相色谱分析.....	(123)
50 二乙基二硫代氨基甲酸钠盐比色测定丙烯酰胺 水溶液中的铜.....	(126)
51 丙烯酰胺水溶液中Fe ³⁺ 和Fe ²⁺ 的测定.....	(128)
52 色谱法测定重整原料油芳烃潜含量.....	(130)
53 馏程自动分析仪.....	(132)
54 色谱法测定车用汽油诱导期.....	(135)
55 闭口闪点室内自动测定仪.....	(139)
56 色谱法测定苯类产品馏程.....	(143)
57 色谱法测定苯结晶点.....	(145)

58 微量二氧化碳、二氧化硫分析仪的改造	(147)
----------------------	-------

(四)三废处理及综合利用

59 硫磺尾气处理工业试验	(149)
60 油品电精制酸碱渣综合利用	(152)
61 常三线碱渣提浓生产选矿剂	(153)
62 硫酸钠喷雾干燥塔改造	(156)
63 炼油厂酸性气“部分燃烧法”制硫	(157)
64 硫磺皮带成型机	(160)
65 污水处理革新简况	(161)
66 燃烧法处理丙烯腈污水	(163)
67 氧化沥青尾气处理	(165)
68 合成氨厂含甲醇污水处理	(166)

(五)其 他 (仪器、设备及土建)

69 超声波高温测厚仪的改进	(167)
70 龙门刨床可控硅控制装置试制成功	(171)
71 3D22(Ⅰ)-14.5/14~320 氮氢气压缩机的改进	(172)
72 0—2型柱塞式微量泵的改造	(174)
73 关于尿素合成塔出口P ₁ 调节伐采用国产A ₄ 钢 制作伐蕊伐座的试验情况	(176)
74 引导作用式安全阀结构的改进	(177)

75	有机玻璃耐腐蚀阀·····	(179)
76	换热器抽芯机·····	(180)
77	轻便氩弧焊机控制箱·····	(181)
78	指形电加热器·····	(182)
79	大直径切管机·····	(183)
80	自制坡口机·····	(184)
81	卷制螺旋板换热器的简易设备·····	(185)
82	大口径扩底桩在工业建筑中的应用·····	(187)
83	大型往复式压缩机基础减振·····	(189)
84	30万吨合成氨厂造粒塔滑模施工简介·····	(191)
85	10#沥青池拉模新工艺施工简况·····	(193)
86	无收缩混凝土、在大型透平压缩机机座 无垫板安装中的应用·····	(195)
87	200吨抱杆及400吨转向排子平衡梁的设计制造·····	(196)

重整后加氢采用铁— 钼 催 化 剂 的 应 用 报 告

科 研 所、炼 油 厂

铂重整装置是以60—130°C 的直馏轻油为原料来生产苯类芳烃产品的装置,为了保证产品质量,在铂重整反应后再进行后加氢处理,以减低重整产品中烯烃的含量(指标规定溴价应小于0.5克溴/100克油)以往后加氢处理过程中所采用的催化剂一般是钼—镍或钼—钴催化剂,但在使用过程中发现在烯烃加氢饱和的同时,有部份苯类芳烃也被加氢成环烷烃,造成重整芳烃收率的下降。尤其是在采用钼—镍催化剂的情况下芳烃下降甚至达到10% (其中苯下降了1.5%以上)。因此,为了增产苯类芳烃产量,挖掘生产潜力,生产上迫切需要一种加氢选择性较好的新催化剂(即只能饱和烯烃,不会引起芳烃加氢)来作为重整后加氢催化剂。

鉴于上述情况,我所于1974年四季度开始进行该项目的研究和探索,通过广泛的调查研究发现钼—铁催化剂曾被用于粗苯加氢脱硫过程,它具有很高的加氢脱硫活性,但对苯的加氢反应甚微。而且此种催化剂前几年已有工业生产,目前主要用于合成氨厂的原料气加氢脱硫,我们就采用了上海吴泾化工厂生产的WJ—1型钼—铁催化剂进行重整后加氢应用试验,取得良好效果,使重整生成油的溴价由2.0〔克溴/100克油〕左右下降到0.15〔克溴/100克油〕左右。完全符合指

标要求，而对苯类芳烃几乎没有加氢反应。

1975年2季度，我们在上述工作的基础上把钼—铁催化剂和钼—钴催化剂又进行了对比试验，同时又对钼—铁催化剂的稳定性进行了考察。试验结果证明钼—铁催化剂和钼—钴催化剂相对烯烃饱和能力不相上下，而钼—铁催化剂对芳烃加氢的能力甚微，只是在长时期运转后对甲苯和二甲苯略有加氢（见表1）。在此基础上我们建议重整装置在后加氢反应器中改用钼—铁催化剂来代替钼—钴和钼—镍催化剂。

1975年8月在炼油厂党委的领导下，得到了重整车间干部、工人、技术人员的大力协助，直接在生产装置上采用了这一成果，我所也派出了小分队参加。试验获得一次成功。使重整脱戊烷油的溴价在0.1克溴/100克油左右，优于实验室的结果，而芳烃含量比以往有明显提高（见表2）。至今已成功地运转了两年，在这期间它随着重整铂催化剂的再生而再生，没有发生过任何用钼—铁催化剂的质量而影响生产的情况。使用情况良好，寿命已超过60米³/公斤。实践证明它具有和钼—镍、钼—钴催化剂同等的烯烃饱和能力，而且避免了由于芳烃加氢而造成的芳烃产品损失。

据初步计算，对设计能力15吨/年的铂重整装置，采用钼—铁催化剂来代替钼—镍催化剂作后加氢催化剂以后，每年可增产苯类芳烃产品一万多吨，价值750多万元（其中纯苯增产290吨价值20万元）由于苯类产品是短线产品，每年国家需要从国外进口，因此增产苯类产品也给国家节省了大量外汇。

另外采用钼—铁催化剂价格低廉，原料易得，国内资源丰富，不用依靠进口，镍剂价格2.6万元/吨，钴剂3.3万元/吨，而铁剂只有1.4万元/吨，每次装填量如按5吨计。一次装填比镍剂要节约6万元，比钴

剂节约9.5万元。因此铂重整装置后加氢采用钨—铁催化剂无论从增产苯类产品，节约一次投资，资源立足国内等方面来看都是一项重大的技术革新措施。

表 1 铁—钨催化剂 (WJ-1) 和钴—钨催化剂 (3641) 对重整三反生成油加氢精制的对比试验结果加氢条件: 压力 $26\text{kg}/\text{cm}^2$; 温度 330°C ; 空速 4.0时^{-1} (体); 氢油比 $1200:1$ (体)

累计运转时间 (时)	催 化 剂		加 氢 油 性 质 及 芳 烃 含 量					
			溴 价	苯 %	甲 苯 %	二 甲 苯 %	C ₆ 芳 烃 %	总 芳 %
0—160		原料油—1	1.56	5.1	14.9	14.1	4.8	38.9
	WJ—1		0.16	5.0	14.6	14.1	6.0	39.2
	3641		0.16	5.0	14.5	14.3	5.7	39.5
160—280		原料油—2	1.65	5.5	16.8	13.4	3.7	39.4
	WJ—1		0.15	5.4	16.0	14.0	5.0	39.1
	3641		0.16	5.6	16.7	13.6	4.3	39.3
280—400		原料油—3	1.74	7.0	19.0	14.1	2.3	42.4
	WJ—1		0.08	6.7	17.9	14.1	3.6	41.0
	3641		0.1	7.1	18.0	13.6	2.6	39.8
400—570		原料油—4	2.43	7.0	18.5	12.6	1.1	39.2
	WJ—1		0.07	7.0	19.2	12.7	1.7	38.6
	3641		0.07	7.0	19.2	12.2	1.2	38.0
570—792		原料油—5	—	7.1	19.6	11.8	1.1	41.0
	WJ—1		0.07	7.1	19.1	11.6	1.1	38.7
	3641		0.08	6.9	19.1	11.6	1.2	38.7

表 2 重整装置后加氢采用铁—钨催化剂后的情况

后加氢操作条件	压 力: $26.5\text{Kg}/\text{cm}^2$ 入口温度: 327°C 床层温升: $1\sim 2^\circ\text{C}$ 空 速: 5.26时^{-1} (体) 气油比: $1200\sim 1300:1$ (体)				
后反出口油的溴价	0.08克溴/100克油				
芳 烃 含 量 %	苯	甲 苯	二 甲 苯	C ₆ 芳 烃	总 芳
后 反 入 口	5.67	16.72	14.47	3.68	40.54
后 反 出 口	5.86	17.63	15.58	4.38	43.45

胜利原油研制润滑油初步试验结果

科 研 所

根据部下达的科研计划,一九七三年我们曾经进行过一年时间润滑油的研制,取得了一定结果,并写了两篇阶段试验报告。试验是用胜利原油减压馏分和脱沥青后的残渣油作原料,减压馏分采自胜利炼厂联合装置,残渣油是用胜利减渣在北京石油化工科学研究院综合研究所中型装置上经丙烷脱沥青取得的。试验采用酚精制,酮苯脱蜡,白土处理老三套的加工工艺,基础油按不同比例调合,加添加剂后得出产品。

由于时间较紧和人力所限,试验只进行了柴油机油、透平油、压缩机油、变压器油等四种大路产品的试制和不同酚油比,不同酚水量,不同温度精制条件的摸索。

试验初步证明,胜利油采用老三套的加工工艺可以生产出质量合格的柴油机油,透平油,压缩机油,更应可以生产出质量合格的汽油机油,变压器油和机械油。

胜利原油含硫含氮较多,属于含硫中间基原油,故其馏分油或残渣油经老三套工艺精制取得的基础油其质量一般比不上大庆油,但是调合和加添加剂后的润滑油产品可以完全合乎国家标准。

胜利原油芳烃含量比大庆油高,而含蜡量比大庆油低,因此酚精制收率低于大庆油15%,而脱蜡油收率高于大庆油15~20%,结果综合收率胜利油高于大庆油。

试验过程中,我们发现胜利油的脱蜡温差比大庆油小,一般为3~5°C,这是胜利油的一个显著特点。

有关数据见表1~6。

表 1 原料及减压馏分油性质

性 质	名 称	原料油	实验室分割的减压馏分油			
			减 一 线	减 二 线	减 三 线	减 四 线
分割温度	°C		300—350	350—400	400—450	450—500
粘度	50°C(厘沲)	26	5.5	11	27	
粘度	100°C(厘沲)	6.1	2.12	3.42	6.2	11.56
凝 点	°C	38	7	26	38	47
酸值	(毫克KOH/克)	0.706	0.637	0.792	0.676	0.51
残 炭	%	0.35	0.004	0.007	0.02	0.19
含 硫	%	0.758	0.5	0.637	0.664	0.821
含 氮	%	/	0.049	0.112	0.115	0.167
闪 点 (开)	°C	190	160	196	232	263
馏 程	°C					
	初 馏 点	252	277	334	342	399
	10%	343	312	355	401	448
	50%	437	332	380	/	468
	90%	508	368	419	442	512
	干 点	/	406	443	444	527

注：原料为联合装置生产的减一、减二、减三线油按装置收率调合而成。

表 2 各工序的物料平衡

收 率 名 称	减压蒸馏%		酚 精 制 %			酮苯脱蜡%		白土处理%		总收率%	
	对原 料油	对原油	酚油比	对减压 馏分%	对原油	对酚精 制油%	对原油	脱蜡油 %	对原油	对减压 馏分%	对原油
减一线 300—350°C	9.33	2.53	2	67.6	1.74	83	1.42	94.7	1.32	53.2	1.32
减二线 350—400°C	16.78	4.54	2.5	67.5	3.06	63.5	2.0	97.2	1.89	41.6	1.89
减三线 400—450°C	28.2	7.64	3	69.5	5.3	69.5	3.68	96.4	3.55	46.5	3.55
减四线 450—500°C	35.22	9.58	3	60	5.25	73.5	4.22	97.6	4.12	43	4.12

注：采样时装置常压拔出率29%，减压渣油收率46.95%，加工损失0.9%。

表 3

11*柴油机油产品质量及1105单缸试验结果

分析项目	胜利 11* 柴油机油	大庆 11* 柴油机油	胜利 11* 柴油机油基础油	大庆 11* 柴油机油基础油
粘度50°C(厘沲)	69.19	62.89	66.71	59.46
粘度100°C(厘沲)	10.95	11.5	10.64	11.14
粘度50°C/粘度 100°C	6.32	5.44	6.2	5.4
反应(加剂)	中	中		中
灰份%(加剂)	0.542	0.64		0.116
闪点(开)°C	256	248		236
凝点 °C	-24	-19	-4	-4
热安定性(分)	43.5	36.5		71
腐蚀(克/m ²)	2.24	/	32.97	28.70
粘度指数	75	93	68	100
浮游机试验(级)	0.5	1	4	3
1105单缸机油耗量 (克/马力小时)	4.77	5.4		
铝片腐蚀(克/米 ²)	1.167	1.584		
清洁性评分	1.76	2.49		

- 说明: 1、胜利11*柴油机油调合比: 减四线55%, 减三线45%。
- 2、添加剂加入量: 六厂694 3%, 6411 0.5%, 七厂烷基萘0.5%, 硅油10PPm 和五厂生产的大庆11号柴油机油相同。
- 3、表中数据表明基础油的腐蚀性, 粘温性, 浮游性, 胜利油不如大庆油, 但加同种同量添加剂后, 浮游性和1105单缸试验胜利油优于大庆油, 说明添加剂对润滑油相当重要。

表 4

14* 柴油机油产品质量

分 析 项 目	产 品 质 量		
	部颁标准HC-14	大庆 14*	胜利 14*
比重 D_4^{20}			0.8982
粘度100°C (厘沱)	13.5-14.5	13.82	13.64
粘度50°C/粘度100°C	≥7.0	5.69	6.8
酸值(毫克KOH/克)(未加剂)	≥0.1	/	0.014
残炭(未加剂)%	≥0.55	/	0.07
含硫%(未加剂)	/	/	/
灰份%(未加剂)	≥0.006	/	无
灰份%(加剂)	≤0.25	0.1137	0.544
闪点(开)°C	≤210	233	264
凝点°C	≥0	-4	-2
反应(未加剂)	无	无	无
反应(加剂)	中性或碱性	中 性	中 性
腐蚀度(克/米 ²)	≥13	0.86	2.46
热氧化安定性(250°C)分钟	≤25	>90	44
浮游性(级)	/	2	0.5
粘度指数	/	100	80

- 说明：1、胜利14*柴油机油是纯白土后的减四线油加入六厂694添加剂3%，6411 0.5%，降凝剂0.2%。
- 2、大庆14*柴油机油，除降凝剂751加入量0.1%（低于胜利油）外，其他添加剂加入量同胜利油。
- 3、从表4结果看出：加添加剂后的14*柴油机油浮游性优于大庆油，但粘度指数、腐蚀性、热氧化安定性比大庆油差。但完全符合部颁标准。

表 5 透平油及变压器油产品质量

分析项目 油品名称	粘度 (厘沲) 50°C	酸值 (毫克 KOH /克) 不大于	闪点 °C	凝点 °C	灰分 %	抗乳 化度 大于 (分)	反 应	苛性 钠抽 出 (级)	透明 度 5°C	机 械 杂 质	安 定 性 BTN125°C×8 (小时)		IEC氧化 110°C×164 (小时)	
											氧化后 酸 值	气化后 沉 淀	氧化后 酸 值	氧化后 沉 淀物
部标准	28-32	0.02	180	-10	0.005	8	无	2	透 明	无	0.35	0.1		
胜利30* 透平油	28.67	无	228	-8	0.0028	2	无	1	∕		0.0126	0.027	0.062	0.0167
大庆30* 透平油	28.73	∕	214	-10	无	4	无	1	∕		0.044	0.012	0.15	0.0133
10* 变 压 器油部标准	9.6	0.05	135	-10				2	∕		0.35	0.1		
胜利10* 变压器油	5.5	无	154	-11				1	∕		0.013	0.004		
大庆25* 变压器油	5.14		148	-30				1	∕		0.038	0.017		

说明：1 30*透平油是由70%的减三线，30%的减二线，加0.6% 264抗氧化剂、20PPm 硅油调合而成。

2 表—5 数据说明：加0.6% 264 抗氧化剂的胜利30* 透平油和加入0.3% 264 抗氧化剂的大庆30* 透平油相比，一般理化指标相近，但B.T.N 氧化数据及I.E.C 氧化数据，胜利油优于大庆油可能与抗氧化剂添加量有关。

3 加入0.6%264 抗氧化剂的胜利10*变压器油与加入0.3% 264抗氧化剂的大庆25*变压器油相比，B.T.N氧化数据胜利油略优于大庆油。

表 6

19号压缩机油质量

分析项目	油名称	部定标准HS-19	胜利19号压缩机油	大庆19号压缩机油
		粘度 100°C (厘沲)	17-21	18.47
酸值(毫克KOH/克)(未加剂)	> 0.1	0.021		
抗氧化稳定性(氧化后沉淀)%	> 0.02	0.0136	0.0052	
灰分	未加剂	> 0.01	无	
	加剂	< 0.08	0.5	0.105
机械杂质 %	> 0.007	/	/	
水分 %	无	无	无	
闪点(开口) °C	< 240	270	280	
腐蚀度 (克/米 ²)	> 10	/	10.23	

说明: 1、胜利19*压缩机油由减四线油46%, 残渣油54%, 并加入6411抗氧化抗腐添加剂0.4%调合而成。

2、胜利19*压缩机油与大庆19*压缩机油所加添加剂品种及数量相同, 由表—6看出质量情况相近, 符合部颁标准要求。

(上接12页)

表 3

在35公斤/厘米²压力下胜利专用柴油加氢精制油
加添加剂及与直馏油调合后油品常温瓶贮结果

		实际胶质 mg/100ml	酸度 mgKOH/100ml	沉渣 mg/100ml	透光率 (λ=475)
不加抗氧化剂	半年	7.6	0.24	0.4	77·
	一年	5.6	0.385	0.6	88
加10PPm抗氧化剂	半年	6.4	0.13	0.3	83·
	一年	7.4	0.154	0.425	83
加50PPm抗氧化剂	半年	4.8	0.19	0.325	88·
	一年	6.4	0.308	0.325	94
调合油质量 (S=0.1268%)	贮前	4.0	无	/	
	半年	5.2	0.16	0.125	85·
	15个月	2.6	0.14	0.125	93
调合油质量 (S=0.1811%)	贮前	5.0	无	/	
	半年	3.6	0.18	0.15	93·
	15个月	6.6	0.14	0.075	94

·半年的透光率是用3厘米厚的比色皿测的。一年的透光率是用1厘米厚的比色皿测的, 故前者比后者要小。

胜利专用柴油加氢精制试验

科 研 所

为了提高专用柴油的质量,71年以来,我们对胜利专用柴油采用加氢精制的工艺作了一些工作,简要情况如下。

一、在60公斤/厘米²压力下胜利专用柴油的加氢

试验是在实验室微型加氢精制装置上进行。反应管为 $\Phi 38 \times 4$ 的不锈钢管。装填粒度为1.2~2.5毫米的催化剂100毫升。采用电解氢一次通过。试验用的原料油未经碱洗电精制,酸度较高,安定性差。由于采样后油品在大桶里存放了十多天,所以实际胶质已增长到31毫克/100毫升。氧化胶质和氧化沉渣也较高。

从精制油的质量看,脱硫率提高了,脱碱氮率也在50%以上。但氧化胶质反而比原料油更高。为了考察油品的贮存情况,进行了常温瓶贮试验。即取700毫升油样贮存在1立升的棕色玻璃瓶中,同时放入三片 10×120 毫米的薄铁片,然后存放在暗室里,定时取样分析。贮存试验数据见表1。

由表1的数据可以看出,直馏油品经加氢以后,其贮存安定性反而变坏。但单从数据的规律性来看,当加氢条件较缓和时(如温度 300°C ,空速 4.0时^{-1}),加氢精制油品的贮存安定性较好。

二、在35公斤/厘米²重整氢压力下胜利专用柴油的加氢

从60公斤/厘米²氢压下胜利专柴加氢的结果看,造成油品贮存安