



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C10G 1/00 (2006.01); C10G 1/04 (2006.01); C10G 1/06 (2006.01); C10G 11/02 (2006.01); C10G 47/02 (2006.01)

(21)(22) Заявка: 2016145960, 23.11.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
23.11.2016

Дата регистрации:
23.01.2018

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 23.11.2016

(45) Опубликовано: 23.01.2018 Бюл. № 3

Адрес для переписки:

119991, Москва, ГСП-1, Ленинские горы, 1,
Московский государственный университет
имени М.В. Ломоносова, Фонд "Национальное
интеллектуальное развитие"

(72) Автор(ы):

Караханов Эдуард Аветисович (RU),
Максимов Антон Львович (RU),
Кардашев Сергей Викторович (RU),
Супранков Кирилл Андреевич (RU),
Акопян Аргам Виликович (RU),
Наливайко Егор Юрьевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Московский государственный
университет имени М.В. Ломоносова" (МГУ)
(RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2184763 C2, 10.07.2002. RU
2572634 C2, 20.01.2016. RU 2481387 C2,
10.05.2013. SU 1029830 A3, 15.07.1983. SU
78791 A3, 30.11.1980.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ УГЛЕВОДОРОДНЫХ ПРОДУКТОВ ИЗ КЕРОГЕНСОДЕРЖАЩИХ ПОРОД

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу получения синтетической нефти из твердых горючих сланцев. Способ получения высококачественной синтетической нефти из горючих сланцев включает: предварительную подготовку горючего сланца путем его измельчения, удаления из него механических примесей до фракций до 0,5 мм и сушку до постоянной массы, смешивание полученного горючего сланца с вакуумным газойлем, на который предварительно воздействовали электромагнитными волнами мощностью 0,1-0,8 кВт в течение 1-10 ч и частотой 40-60 МГц, в массовых соотношениях от 1:10 до 10:1, введение каталитической добавки, включающей нафтенат кобальта и/или гексакарбонил молибдена из расчета 0,5-25 г каталитической добавки на 1 кг смеси вакуумного

газойля и горючего сланца, при этом содержание нафтената кобальта в каталитической добавке от 10 до 100 мас.%, а гексакарбонил молибдена - от 0 до 90 мас.%, гомогенизацию полученной смеси в перемешивающем устройстве при температуре не ниже 60°C до получения однородной смеси, гидрирование при температурах 300-550°C в течение 0,05-6 ч с избыточным давлением H₂, при объемном соотношении H₂:полученная смесь от 2:1 до 20:1, термоэкстракцию полученного продукта в течение 0,5-6 ч с использованием растворителя в количестве 1-20 л на 1 кг полученной смеси, отделение экстракта от сухого остатка и упаривание жидкой части. Технический результат - упрощение технологии за счет исключения

стадии термического разложения сланца, уменьшение количества катализатора при одновременном высоком выходе светлых

нефтепродуктов не менее 20%, способ обеспечивает снижение содержания серы. 5 з.п. ф-лы, 5 пр.

RU 2 6 4 1 9 1 4 C 1

RU 2 6 4 1 9 1 4 C 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.

C10G 1/00 (2006.01)

C10G 1/04 (2006.01)

C10G 1/06 (2006.01)

C10G 11/02 (2006.01)

C10G 47/02 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC

C10G 1/00 (2006.01); C10G 1/04 (2006.01); C10G 1/06 (2006.01); C10G 11/02 (2006.01); C10G 47/02 (2006.01)

(21)(22) Application: 2016145960, 23.11.2016

(24) Effective date for property rights:
23.11.2016

Registration date:
23.01.2018

Priority:

(22) Date of filing: 23.11.2016

(45) Date of publication: 23.01.2018 Bull. № 3

Mail address:

119991, Moskva, GSP-1, Leninskie gory, 1,
Moskovskij gosudarstvennyj universitet imeni M.V.
Lomonosova, Fond "Natsionalnoe intellektualnoe
razvitie"

(72) Inventor(s):

Karakhanov Eduard Avetisovich (RU),
Maksimov Anton Lvovich (RU),
Kardashev Sergej Viktorovich (RU),
Suprankov Kirill Andreevich (RU),
Akopyan Argam Vilikovich (RU),
Nalivajko Egor Yurevich (RU)

(73) Proprietor(s):

Federalnoe gosudarstvennoe byudzhethnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Moskovskij gosudarstvennyj
universitet imeni M.V. Lomonosova" (MGU)
(RU)

(54) METHOD FOR PRODUCING HYDROCARBON PRODUCTS FROM KEROGEN-CONTAINING ROCKS

(57) Abstract:

FIELD: oil and gas industry.

SUBSTANCE: method for producing high-quality synthetic oil from oil shales includes: preliminary preparation of oil shale by grinding thereof, removing mechanical impurities from it to fractions up to 0.5 mm and drying to constant weight, mixing obtained combustible shale with vacuum gas oil which was preliminarily subjected to electromagnetic waves with 0.1-0.8 kW power for 1-10 h and 40-60 mhz frequency, in weight ratios from 1:10 to 10:1, introducing catalyst additive including cobalt naphthenate and/or molybdenum hexacarbonyl in amount of 0.5-25 g of catalytic additive per 1 kg of mixture of vacuum gas oil and combustible shale, at that the content of cobalt naphthenate in catalytic additive is from 10 to 100 wt

% and molybdenum hexacarbonyl is from 0 to 90 wt %. Homogenizing the obtained mixture in a stirring device at a temperature of not less than 60°C until the homogenous mixture is obtained, hydrogenating at temperatures 300-550°C for 0.05-6 h with excessive pressure H₂, at volume ratio H₂:obtained mixture from 2:1 to 20:1, thermal extraction of obtained product for 0.5-6 h with use of solvent in amount of 1-20 l per 1 kg of obtained mixture, separating the extract from dry residue and evaporating the liquid portion.

EFFECT: simplified technology by excluding the stage for thermal decomposition of shale, reduced amount of catalyst with high yield of light oil products, reduced sulfur content.

6 cl, 5 ex

Область техники

Изобретение относится к области нефтепереработки и нефтехимии, в частности к способу получения синтетической нефти из твердых горючих сланцев, которая обладает высоким качеством. Изобретение может быть использовано в нефтяной и

Уровень техники

Для переработки горючих сланцев в жидкие продукты (сланцевая смола, сланцевая нефть) используют различные способы, к которым относятся пиролизитические процессы, совместная термическая переработка с гудроном, полукоксование с последующим термодинамическим крекингом образующейся сланцевой смолы или экстракция органических веществ из сланцев в сверхкритических условиях бензолом. Все получаемые из сланцев жидкие продукты подвергаются дальнейшей переработке в светлые углеводородные фракции. Повышение полноты превращения и увеличения качества получаемой нефти на данном этапе гидропереработки керогена материнских пород является очень важной задачей.

Из уровня техники - RU 2184763 (C2) (опубликовано 10.07.2002, кл. C10B 53/06; C10G 11/04; C10G 49/06) известен способ переработки сланцев, заключающийся в их термическом разложении с получением парогазовой смеси жидких и газообразных компонентов, с использованием каталитической обработки, конденсации и фракционирования компонентов по температурам выкипания, при этом каталитической обработке подвергают суммарную парогазовую смесь в псевдооживленном или стационарном слое катализатора, в качестве которого используют железосодержащий контакт кислотного типа - полифосфат железа ксерогельной структуры. Данный способ направлен на увеличение выхода синтетической нефти, при этом выход светлых фракций остается на низком уровне, содержание серы не уменьшается, что негативно отражается на качестве получаемой нефти.

Из уровня техники известен способ извлечения нефти из твердой материнской породы - прототип (RU 2572634 C2, кл. C10G 1/04, опубликовано 20.01.2016). Способ извлечения нефти из твердой материнской породы включает: измельчение указанной твердой материнской породы с получением частиц размером не более 5 мм; денсиметрическое разделение указанных частиц, включающее: смешивание указанных частиц с водой и по меньшей мере одним дефлокулянт с получением первой смеси твердое вещество-жидкость; разделение указанной первой смеси твердое вещество-жидкость с получением надосадочной жидкости, обогащенной указанной нефтью, и осадочного остатка, обедненного указанной нефтью; экстракцию указанной надосадочной жидкости путем смешивания ее по меньшей мере с одним органическим растворителем, имеющим температуру кипения не выше 160°C, при температуре от 5°C до 40°C и при атмосферном давлении 0,1 МПа (1 атм) с получением второй смеси твердое вещество-жидкость; разделение указанной второй смеси твердое вещество-жидкость с получением жидкой фазы, содержащей указанную нефть и указанный органический растворитель, и твердой фазы, содержащей остаток указанной твердой материнской породы; извлечение указанного органического растворителя из указанной жидкой фазы. Твердая материнская порода представляет собой нефтеносные пески, или нефтеносные горные породы, или битуминозные сланцы. Технический результат - повышение эффективности извлечения нефти. Недостатками данного способа являются: низкий уровень выхода светлых фракций, высокое содержание серы (сернистых соединений) в получаемом продукте.

Технической проблемой является создание способа получения высококачественной

синтетической нефти (т.е. нефти, получаемой из твердых горючих сланцев, керогенсодержащих пород, нефтеносных горных пород и т.п.), характеристики которого удовлетворяют следующим требованиям: увеличение выхода светлых фракций и уменьшение содержания серы (сернистых соединений).

5 Раскрытие изобретения

Техническим результатом предлагаемого способа является увеличение выхода синтетической нефти и одновременное улучшение качества получаемого продукта за счет увеличения выхода светлых фракций (более 20%) и уменьшения содержания сернистых соединений (до 3800 ppm).

10 Технический результат достигается за счет того, что способ получения высококачественной синтетической нефти из горючих сланцев включает:

- предварительную подготовку горючего сланца путем его измельчения, удаления из него механических примесей до фракций до 0,5 мм и сушку до постоянной массы;
- смешивание полученного горючего сланца с вакуумным газойлем, на который 15 предварительно воздействовали электромагнитными волнами мощностью 0,1-0,8 кВт в течение 1-10 часов, и частотой 40-60 МГц, в массовых соотношениях от 1:10 до 10:1;
- введение каталитической добавки, включающей нафтенат кобальта и/или гексакарбонил молибдена из расчета 0,5-25 г каталитической добавки на 1 кг смеси вакуумного газойля и горючего сланца, при этом содержание нафтената кобальта в 20 каталитической добавке от 10 до 100 мас. %, а гексакарбонил молибдена - от 0 до 90 мас. %;
- гомогенизацию полученной смеси в перемешивающем устройстве при температуре не ниже 60°C до получения однородной смеси;
- гидрирование при температурах 300-550°C в течение 0,05-6 часов с избыточным 25 давлением H₂, при объемном соотношении H₂:полученная смесь от 2:1 до 20:1;
- термоэкстракцию полученного продукта в течение 0,5-6 часов с использованием растворителя в количестве 1-20 л на 1 кг полученной смеси;
- отделение экстракта от сухого остатка и упаривание жидкой части.

В качестве растворителя возможно использовать хлорированные алканы, такие как 30 хлороформ, или дихлорметан, или дихлорэтан.

Термоэкстракцию возможно проводить в аппарате Сокслета или кипячением в реакторе.

Отделение экстракта от сухого остатка возможно провести путем фильтрования, или центрифугирования, или декантации.

35 Дополнительно в полученную смесь из горючего сланца, вакуумного газойля и каталитической добавки перед гомогенизацией вводят растворитель, представляющий собой толуол, или тетралин, или декалин, в количестве 1-10 л на 1 кг полученной смеси.

Механические примеси возможно удалить через сита, а сушку возможно произвести до постоянной массы при температуре 80-150°C в течение 1-5 суток.

40 Осуществление изобретения

Способ синтеза синтетической нефти включает следующие основные этапы:

- 1) предварительная подготовка горючего сланца;
- 2) электромагнитное волновое воздействие на вакуумный газойль;
- 3) смешение горючего сланца с вакуумным газойлем, на который воздействовали 45 электромагнитными волнами;
- 4) введение каталитической добавки и гомогенизация полученной смеси;
- 5) гидрирование полученной смеси в присутствии каталитической добавки;
- 6) проведение термоэкстракции с последующим удалением растворителей.

На первом этапе горючий сланец измельчают, избавляются от механических примесей, например, через сита до фракций до 0,5 мм и высушивают до постоянной массы: при температурах 80-150°C в течение 1-5 суток.

На втором этапе на вакуумный газойль воздействуют электромагнитными волнами мощностью 0,1-0,8 кВт в течение 1-10 часов и частотой 40-60 МГц. Такое электромагнитное воздействие на вакуумный газойль разрушает молекулярные агломераты, что приводит к повышению однородности среды и в итоге вакуумный газойль лучше работает в качестве экстрагента (растворителя). Согласно полученным экспериментальным данным наилучший эффект достигается в интервале частот от 40 до 60 МГц. При использовании электромагнитного воздействия с мощностью менее 0,1 кВт эффект минимальный; увеличение мощности выше 0,8 кВт будет приводить к существенному повышению энергозатрат на электромагнитное воздействие вакуумного газойля.

На третьем этапе полученный подготовленный горючий сланец смешивают с вакуумным газойлем, на который предварительно воздействовали электромагнитными волнами, в следующем массовом соотношении от 1:10 до 10:1. Т.е. содержание горючего сланца в данной смеси варьируется от 9 до 91%. Уменьшение количества горючего сланца ниже 9% вызовет технологические трудности связанные с необходимостью использования больших количеств вакуумного газойля, что, в свою очередь, приведет к увеличению аппаратного оформления и соответственно увеличению капитальных вложений и удорожания процесса. Увеличение количества горючего сланца более 91% горючего сланца затруднит переработку вследствие повышенной вязкости получаемой смеси.

На четвертом этапе в смесь горючего сланца и обработанного электромагнитным воздействием вакуумного газойля вводят каталитическую добавку, которая включает нафтенат кобальта и/или гексакарбонил молибдена, причем на 1 кг смеси горючего сланца и обработанного электромагнитным воздействием вакуумного газойля берут 0,5-25 г каталитической добавки. При этом содержание нафтената кобальта в каталитической добавке от 10 до 100 мас. %, а гексакарбонил молибдена от 0 до 90 мас. %, соответственно. Таким образом, при содержании нафтената кобальта в каталитической добавке 100%, а гексакарбонил молибдена - 0% - заявляемый способ также будет осуществим, при этом будет достигаться заявляемый технический результат.

В полученную смесь из горючего сланца, вакуумного газойля, на который воздействовали электромагнитным излучением, и каталитической добавки дополнительно возможно ввести растворитель, предпочтительно содержащий ароматический фрагмент (например, толуол, тетралин) либо декалин, в количестве 1-10 л на 1 кг полученной смеси. Данный выбор диапазона (1-10 л) основан на том, что при количестве растворителя менее 1 л на 1 кг полученной смеси от растворителя не будет эффекта, а выбор количества растворителя более 10 л приведет к увеличению аппаратного оформления, и соответственно капитальных вложений. Введение данного растворителя, предпочтительно содержащего ароматический фрагмент (например, толуол, тетралин) либо декалин позволит также повысить качество получаемого в итоге продукта.

После этого полученную смесь в присутствии каталитической добавки гомогенизируют в перемешивающем устройстве при температуре не ниже 60°C до получения однородной смеси.

На пятом этапе проводят гидрирование полученной смеси с каталитической добавкой при температурах 300-550°C в течение 0,05-6 часов с избыточным давлением H_2 , при

объемном соотношении H_2 :полученная смесь от 2:1 до 20:1. Данный выбор диапазона (от 2:1 до 20:1) основан на том, что при соотношении H_2 :полученная смесь <2:1 не приводит к должному эффекту, а при соотношении >20:1 ведет к нетехнологичности процесса.

На шестом этапе проводят термоэкстракцию полученного продукта в течение 0,5-6 часов с использованием растворителя в количестве 1-10 л на 1 кг полученной смеси. В качестве растворителя предпочтительно используют хлорированные алканы, такие как: хлороформ, или дихлорметан, или дихлорэтан. Данный выбор диапазона (1-10 л) основан на том, что при количестве растворителя менее 1 л на 1 кг полученной смеси от растворителя не будет эффекта, а выбор количества растворителя более 10 л приведет к увеличению аппаратного оформления, и соответственно капитальных вложений.

Термоэкстракцию проводят в аппарате Сокслета или кипячением в реакторе. Затем отделяют экстракт от сухого остатка. Далее упаривают жидкую часть (например, на роторном испарителе и масляном насосе), тем самым избавляясь от растворителей, введенных на пятом и третьем этапе (если они были введены, соответственно). Отделение экстракта от сухого остатка (осадка) возможно провести путем фильтрования или центрифугирования или декантации.

Возможность осуществления изобретения подтверждается примерами. Приведенные ниже примеры конкретного осуществления изобретения приведены для предоставления специалистам в данной области техники полного описания проведения анализа по изобретению и подразумевают, что приведенные примеры не ограничивают предполагаемый авторами объем изобретения.

Пример 1.

Горючий сланец предварительно измельчали, очищали от неорганических/механических примесей путем просеивания через сита до фракций до 0,5 мм и просушивали при температуре 95°C в течение суток. В этом и последующих примерах по экономическим соображениям использовали негидроочищенный вакуумный газойль (далее просто вакуумный газойль). На вакуумный газойль воздействовали электромагнитным волновым излучением мощностью 0,2 кВт, частотой 55 МГц в течение 6 часов. Далее 1,5 г сланца, 0,5 г вакуумного газойля (обработанного электромагнитным воздействием) смешивали с 25 мг нафтената кобальта - (полученная смесь). Полученную смесь вместе с металлическим якорьком погружали в стальной автоклав, снабженный магнитной мешалкой, и объемом 50 мл. Смесь перемешивали до получения однородной смеси в течение 30 минут при температуре не ниже 60°. Далее автоклав закручивался и в него подавали 70 атм. H_2 , при объемном соотношении H_2 :полученная смесь 20:1. После чего автоклав ставили в печь на 1 час до достижения температуры 450°C. Процесс проводился при постоянном перемешивании. По окончании реакции автоклав остужали, спускали водород и газообразные продукты и открывали автоклав. Далее смесь выгружали и отправляли в аппарат Сокслета для экстракции хлороформом 10 мл (из расчета 5 л на 1 кг полученной смеси) в течение 6 часов. Отделяли экстракт от сухого остатка центрифугированием (скорость центрифугирования до 40000 об/мин). После чего из экстракта отгоняли растворитель на роторном испарителе. Полученный продукт массой 0,76 г содержал 3800 общей серы. Методом имитированной дистилляции был определен фракционный состав смеси. Процент светлых нефтепродуктов составлял 33%.

Пример 2.

Горючий сланец предварительно измельчали, очищали от неорганических/

механических примесей путем просеивания через сита до фракций до 0,5 мм и просушивали при температуре 95°C в течение суток. На вакуумный газойль воздействовали электромагнитным волновым излучением мощностью 0,6 кВт, частотой 55 МГц в течение 6 часов. Далее 3 г сланца, 1 г вакуумного газойля смешивали с 25 мг нафтената кобальта и 25 мг гексакарбонил молибдена и 4 мл толуола - полученная смесь. Полученную смесь вместе с металлическим якорьком погружали в стальной автоклав, снабженный магнитной мешалкой, и объемом 50 мл. Смесь перемешивали до получения однородной смеси в течение 30 минут при температуре не ниже 60°. Далее автоклав закручивался и в него подавали 70 атм. Н₂, при объемном соотношении

Н₂:полученная смесь 20:1. После чего автоклав ставили в печь на 1 час до достижения температуры 500°C. Процесс проводили при постоянном перемешивании. По окончании реакции автоклав остужали, спускали водород и газообразные продукты и автоклав открывали. Далее смесь выгружали и отправляли в аппарат Сокслета для экстракции хлороформом 10 мл (из расчета 5 л на 1 кг полученной смеси) в течение 6 часов. Отделяли экстракт от сухого остатка декантацией. После чего из экстракта отгоняли растворитель на роторном испарителе. Полученный продукт массой 0,95 г содержал 5895 ppm общей серы. Методом имитированной дистилляции был определен фракционный состав смеси. Процент светлых нефтепродуктов составлял 20%.

Пример 3.

Горючий сланец предварительно измельчали, очищали от неорганических/механических примесей путем просеивания через сита до фракций до 0,5 мм и просушивали при температуре 105°C в течение суток. На вакуумный газойль воздействовали электромагнитным волновым излучением мощностью 0,6 кВт, частотой 40 МГц в течение 6 часов. Далее 1 г сланца и 1 г вакуумного газойля смешивали с 25 мг нафтената кобальта, 25 мг гексакарбонил молибдена, 2 мл декалина - (полученная смесь). Полученную смесь вместе с металлическим якорьком погружали в стальной автоклав, снабженный магнитной мешалкой, и объемом 50 мл. Смесь перемешивали до получения однородной смеси в течение 30 минут при температуре не ниже 60°. Далее автоклав закручивали и в него подавали 70 атм. Н₂, при объемном соотношении

Н₂:полученная смесь 20:1. После чего автоклав ставили в печь на 1 час до достижения температуры 400°C. Процесс проводился при постоянном перемешивании. По окончании реакции автоклав остужали, спускали водород и газообразные продукты, автоклав открывали. Далее в смесь дополнительно добавляли 20 мл хлороформа (из расчета 7 л на 1 кг полученной смеси). После чего автоклав закручивали и погружали в печь для кипячения при 110°C на 1 час. Далее автоклав снова остужали, после чего открывали, а все содержимое отфильтровывали на пористом фильтре. В конце из жидкой части удаляли растворители путем отгонки на роторном испарителе. Масса полученного продукта 1,25 г. Процент светлых нефтепродуктов составил 22%. Содержание общей серы 4600 ppm.

Из вышеприведенных примеров следует, что данный способ позволяет увеличить выход синтетической нефти и одновременно снизить содержание общей серы и увеличить процент светлых нефтепродуктов.

Пример 4.

Горючий сланец предварительно измельчали, очищали от неорганических/механических примесей путем просеивания через сита до фракций до 0,5 мм и просушивали при температуре 95°C в течение суток. На вакуумный газойль воздействовали электромагнитным волновым излучением мощностью 0,2 кВт, частотой

60 МГц в течение 2 часов. Далее 2,5 г сланца, 0,25 г вакуумного газойля смешивали с 35 мг нафтената кобальта - (полученная смесь). Полученную смесь вместе с металлическим якорьком погружали в стальной автоклав, снабженный магнитной мешалкой, и объемом 50 мл. Смесь перемешивали до получения однородной смеси в течение 30 минут при температуре не ниже 60°. Далее автоклав закручивался и в него подавали 70 атм. H_2 , при объемном соотношении H_2 :полученная смесь 20:1. После чего автоклав ставили в печь на 1 час до достижения температуры 400°C. Процесс проводился при постоянном перемешивании. По окончании реакции автоклав остужали, спускали водород и газообразные продукты и открывали автоклав. Далее смесь выгружали и отправляли в аппарат Сокслета для экстракции дихлорэтаном 48 мл (из расчета 20 л на 1 кг полученной смеси) в течение 6 часов. Отделяли экстракт от сухого остатка центрифугированием (скорость центрифугирования до 40000 об/мин). После чего из экстракта отгоняли растворитель на роторном испарителе. Полученный продукт массой 0,41 г содержал 5900 ppm общей серы. Методом имитированной дистилляции был определен фракционный состав смеси. Процент светлых нефтепродуктов составлял 37%.

Пример 5.

Горючий сланец предварительно измельчали, очищали от неорганических/механических примесей путем просеивания через сита до фракций до 0,5 мм и просушивали при температуре 95°C в течение суток. На вакуумный газойль воздействовали электромагнитным волновым излучением мощностью 0,4 кВт, частотой 50 МГц в течение 4 часов. Далее 0,25 г сланца, 2,5 г вакуумного газойля смешивали с 35 мг нафтената кобальта - (полученная смесь). Полученную смесь вместе с металлическим якорьком погружали в стальной автоклав, снабженный магнитной мешалкой, и объемом 50 мл. Смесь перемешивали до получения однородной смеси в течение 30 минут при температуре не ниже 60°. Далее автоклав закручивался и в него подавали 70 атм. H_2 , при объемном соотношении H_2 :полученная смесь 20:1. После чего автоклав ставили в печь на 1 час до достижения температуры 400°C. Процесс проводился при постоянном перемешивании. По окончании реакции автоклав остужали, спускали водород и газообразные продукты и открывали автоклав. Далее в смесь дополнительно добавляли 20 мл дихлорметана (из расчета 7 л на 1 кг полученной смеси). После чего автоклав закручивали и погружали в печь для кипячения при 110°C на 1 час. Далее автоклав снова остужали, после чего открывали, а все содержимое отфильтровывали на пористом фильтре. В конце из жидкой части удаляли растворители путем отгонки на роторном испарителе. Масса полученного продукта 2,24 г. Процент светлых нефтепродуктов составил 29%. Содержание общей серы 4100 ppm.

(57) Формула изобретения

1. Способ получения высококачественной синтетической нефти из горючих сланцев, включающий:

- предварительную подготовку горючего сланца путем его измельчения, удаления из него механических примесей до фракций до 0,5 мм и сушку до постоянной массы;
- смешивание полученного горючего сланца с вакуумным газойлем, на который предварительно воздействовали электромагнитными волнами мощностью 0,1-0,8 кВт в течение 1-10 ч и частотой 40-60 МГц, в массовых соотношениях от 1:10 до 10:1;
- введение каталитической добавки, включающей нафтенат кобальта и/или гексакарбонил молибдена из расчета 0,5-25 г каталитической добавки на 1 кг смеси вакуумного газойля и горючего сланца, при этом содержание нафтената кобальта в

каталитической добавке от 10 до 100 мас.%, а гексакарбонил молибдена - от 0 до 90 мас.%;

- гомогенизацию полученной смеси в перемешивающем устройстве при температуре не ниже 60°C до получения однородной смеси;

5 - гидрирование при температурах 300-550°C в течение 0,05-6 ч с избыточным давлением H_2 , при объемном соотношении H_2 :полученная смесь от 2:1 до 20:1;

- термоэкстракцию полученного продукта в течение 0,5-6 ч с использованием растворителя в количестве 1-20 л на 1 кг полученной смеси;

- отделение экстракта от сухого остатка и упаривание жидкой части.

10 2. Способ получения высококачественной синтетической нефти по п. 1, отличающийся тем, что в качестве растворителя используют хлорированные алканы, такие как хлороформ, или дихлорметан, или дихлорэтан.

3. Способ получения высококачественной синтетической нефти по п. 1, отличающийся тем, что термоэкстракцию проводят в аппарате Сокслета или кипячением в реакторе.

15 4. Способ получения высококачественной синтетической нефти по п. 1, отличающийся тем, что отделение экстракта от сухого остатка проводят путем фильтрования, или центрифугирования, или декантации.

5. Способ получения высококачественной синтетической нефти по п. 1, отличающийся тем, что в полученную смесь из горючего сланца, вакуумного газойля и каталитической
20 добавки перед гомогенизацией дополнительно вводят растворитель, представляющий собой толуол, или тетралин, или декалин, в количестве 1-10 л на 1 кг полученной смеси.

6. Способ получения высококачественной синтетической нефти по п. 1, отличающийся тем, что удаляют механические примеси через сита, а сушку до постоянной массы
25 производят при температуре 80-150°C в течение 1-5 сут.

30

35

40

45