

Соглашение от 08.07.2014 №14.576.21.0043

«Изучение потенциала природных битумов и тяжелых нефтей различных месторождений РФ для их использования в качестве сырья при производстве металлов (включая редкие и редкоземельные)»

Получатель субсидии	Общество с ограниченной ответственностью «Инжиниринговый центр МФТИ по трудноизвлекаемым полезным ископаемым» (ООО «Инжиниринговый центр МФТИ»)
Научный руководитель работ	Марютина Татьяна Анатольевна, д.х.н.
Индустриальный партнер	Публичное акционерное общество «ЛУКОЙЛ» (ПАО «ЛУКОЙЛ»)
Цель проекта	Исследование и разработка комплекса научно-технических и технологических решений, направленных на создание отраслевых нормативных документов, обеспечивающих решение проблемы организации высокорентабельного промышленного производства ценных и редких металлов из нефтяного сырья.
Основные результаты проекта	<p>1 этап (08.07.2014-31.12.2014)</p> <p>В процессе выполнения работ были обобщены данные, опубликованные в отечественной и зарубежной литературе, по содержаниям в тяжелых нефтях и битумах различных месторождений РФ редких и редкоземельных элементов. Выявлен ряд перспективных для дальнейшего промышленного применения способов извлечения металлов из тяжелого нефтяного сырья. Показана перспективность использования сверхкритической флюидной экстракции для выделения целевых компонентов из природных битумов. Разработана методика экспериментальных исследований по извлечению концентрата металлов из тяжелого нефтяного сырья, заключающаяся в концентрировании элементов из нефти с использованием процесса многоступенчатой экстракции.</p> <p>2 этап (01.01.2015 – 30.06.2015)</p> <p>В результате 2-го этапа работ на основе литературных и справочных данных было выполнено обоснование выбора месторождений РФ для последующего отбора проб и составлен обобщенный реестр потенциальных мест отбора проб тяжелых нефтей и природных битумов.</p> <p>На этапе экспериментальных исследований был проанализирован элементный состав и физико-химические свойства ряда проб нефтяного сырья.</p> <p>Для выделения концентратов металлов из нефтяного сырья предложено использовать многоступенчатый экстракционный процесс, реализуемый во вращающихся спиральных колонках. Показана принципиальная возможность концентрирования металлов из нефтяного сырья в небольшой объем водной фазы (экстракт металлов). Выполнен анализ выделенных экстрактов металлов спектральными методами.</p> <p>Проведен цикл экспериментальных исследований по оценке эффективности состава экстракционных систем «нефтяное сырье – водная фаза» для выделения и концентрирования различных элементов. Выявлено, что оптимальными системами для экстракции металлов являются растворы неорганических кислот.</p> <p>Для разработки критериев выбора эффективных способов извлечения редких, редкоземельных и других металлов из тяжелых нефтей и природных битумов рассмотрены возможности применения термических и сольвентных способов извлечения металлов из нефтяного сырья.</p>

3 этап (01.07.2015 – 31.12.2015)

Разработаны способы пробоподготовки для концентрирования элементов для их последующего элементного анализа - на базе сверхкритической флюидной экстракции (СФЭ) и с применением многоступенчатой экстракции во вращающихся спиральных колонках. Новый метод предварительного концентрирования металлов в тяжелых фракциях нефтей, разработанный на базе СФЭ, позволяет идентифицировать целый ряд элементов, главным образом редкоземельных, количественное детектирование которых при прямом анализе исходного образца затруднено вследствие их сверхнизких концентраций. Разработанный способ экстракционного концентрирования элементов в нефтях с применением вращающихся спиральных колонок также может использоваться для подтверждения наличия и содержания элементов, которые находятся в нефтяном сырье в концентрациях ниже 10^{-4} г/г.

Обоснован выбор наиболее эффективных методов определения элементного состава нефтяного сырья с определением граничных условий применений этих методов: если в образцах требуется определение лишь таких элементов как P, S, V и Ni, то вполне возможно использование только одного метода – АЭС-ИСП. Если требуется определение широкого круга элементов, то лучше использовать сочетание двух методов – АЭС-ИСП и МС-ИСП. И, наконец, если требуется определение таких элементов, как As и Se, то предпочтительнее использование МС-ИСП.

Разработан регламент контроля содержания элементов в тяжелых нефтях и природных битумах. Регламент разработан с целью установления единого подхода к определению микроэлементного состава тяжелых нефтей и природных битумов, технических требований к методикам определения и измерения.

Результатом сотрудничества с нефтяными компаниями явилось получение разрешения на отбор образцов тяжелых нефтей из 34 месторождений Волго-Уральской, Тимано-Печорской, Западно-Сибирской и Северо-Кавказско-Мангышлагской нефтегазоносных провинций. Всего был отобран и доставлен 81 образец нефтяного сырья.

Проведены дополнительные патентные исследования по теме: «Экстракционные способы выделения металлов из нефтяного сырья». В результате дополнительных патентных исследований выявлены охранные документы по темам экстракционных способов выделения металлов из нефтяного сырья, зарегистрированные в период с ноября 2014г. по декабрь 2015г.

Проведены экспериментальные исследования экстрактов металлов и исходного нефтяного сырья, в том числе с применением центров коллективного пользования.

Подана заявка на охранный документ: «База месторождений тяжелых нефтей и природных битумов Российской Федерации, потенциально перспективных в качестве сырья при производстве металлов», заявка №2015621443 от 23.11.2015г.

4 этап (01.01.2016 – 30.06.2016)

Проведены экспериментальные исследования по определению элементного состава отобранных нефтяных проб обоснованными ранее методами анализа. Исследования показали, что разработанный метод деасфальтизации с использованием сверхкритического диоксида углерода в качестве растворителя и антирастворителя, проводимой как в проточном, так и в полупериодическом режиме, может быть рекомендован в качестве предварительной пробоподготовки для микроэлементного анализа нефти наряду с методами химической деметаллизации на базе реакций ионного обмена, комплексообразования и осаждения, которые позволяют выделять и концентрировать металлы в отдельной фазе или фазе экстракта практически без изменения состава и свойств нефти.

На основании результатов элементного анализа спектральными методами – ИСП-АЭС и ИСП-МС – проб исходных нефтей и природных битумов и их экстрактов был проведен анализ по выбору наиболее представительных данных элементного анализа проб нефтей и природных битумов. Указанные величины легли в основу базы данных по полному элементному составу тяжелых нефтей и природных битумов различных месторождений Российской Федерации.

Сопоставлены результаты выполненных экспериментальных исследований нефтяного сырья с имеющимся справочным материалом о предполагаемых концентрациях металлов в тяжелых нефтях и природных битумах. На примере нескольких элементов: V, Ni, Fe, Cr, Co, Mo и РЗЭ – со справочными материалами сопоставлены полученные в работе результаты анализа тяжелых нефтей и природных битумов различных месторождений. Показано достаточно хорошее совпадение установленных и литературных данных для образцов большинства месторождений, информация о которых опубликована. Выявленные немногочисленные несоответствия результатов можно объяснить неоднородностью распределения элементов внутри одного и того же месторождения.

Проведены патентные исследования существующих баз данных по полному элементному составу тяжелых нефтей и природных битумов различных месторождений РФ, направленные на выявление охранных и иных документов, препятствующих применению результатов, полученных на данном этапе работ, в РФ и в других странах.

Принято участие в мероприятиях, направленных на освещение и популяризацию полученных результатов исследований, а именно V Международной Конференции-школе по химической технологии ХТ'16, проведенной в г. Волгоград 16.05.2016-20.05.2016 г. (секция 3 «Нефтехимия, катализ и химическая переработка альтернативного сырья»). Представлен доклад на тему: «Экстракционная деметаллизация тяжелого нефтяного сырья с использованием сверхкритического диоксида углерода в качестве основного растворителя» (Авторы: Магомедов Р.Н., Припахайло А.В., Попова А.З., Марютина Т.А.).

Подана заявка на охранный документ: «База данных по полному элементному составу тяжелых нефтей и природных битумов различных месторождений Российской Федерации» (Авторы: Бондарь А.А., Попова А.З., Савонина Е.Ю., Мокоучунина Т.В., Марютина Т.А.), заявка №2016620845 от 23.06.2016 г., свидетельство №2016621126, дата государственной регистрации в реестре Баз данных – 18 августа 2016г.

Проведены маркетинговые исследования с целью изучения перспектив коммерциализации результатов интеллектуальной деятельности, полученных при выполнении прикладных научных исследований.