



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103849453 B

(45) 授权公告日 2015. 09. 30

(21) 申请号 201210542551. 1

审查员 刘文军

(22) 申请日 2012. 12. 15

(73) 专利权人 宝钢工程技术集团有限公司  
地址 201900 上海市宝山区铁力路 2510 号  
专利权人 白东

(72) 发明人 施杰 肖丙雁 吴海东 王万俊  
白东

(74) 专利代理机构 上海天协和诚知识产权代理  
事务所 31216

代理人 李彦

(51) Int. Cl.  
C10M 175/00(2006. 01)

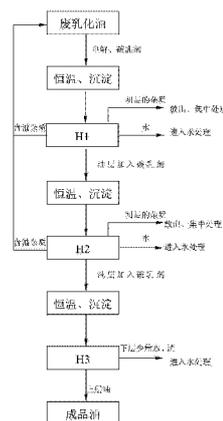
(56) 对比文件  
WO 2012/009749 A1, 2012. 01. 26, 权利要求  
1-2.  
CN 102559359 A, 2012. 07. 11, 说明书第 5-9  
段.

权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称  
废乳化油净化方法

(57) 摘要

本发明涉及加工用过的润滑剂以回收有用的产品领域,具体为一种废乳化油净化方法。一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,其特征是:按如下步骤依次进行:预处理时,先将废乳化油加热至60℃~100℃,随后将加热后的废乳化油静置沉降;综合反应时,先实施高压电解,随后加入催化剂一和破乳剂;深度反应时,先充气搅拌,随后加入催化剂二。本发明净化度高,操作简便,处理能力强。



1. 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,其特征是:按如下步骤依次进行:

预处理时,先将废乳化油加热至  $85^{\circ}\text{C}$ ,随后将加热后的废乳化油静置沉降,静置沉降时间不少于 8hour,使内部混杂的固体杂质沉淀,沉淀分层完成将固体杂质过滤除去,将过滤后的废乳化油在至少 0.2MPa 气压下充气搅拌,充气搅拌时间不少于 30min,完成预处理;

综合反应时,先对完成了预处理的废乳化油实施高压电解,电解时电压为 10kV ~ 50kV,电解时间 100min ~ 180min,结束后沉淀至少 30min,随后在完成了高压电解的废乳化油内加入催化剂一和破乳剂,在至少 0.2MPa 气压下充气搅拌 10min ~ 15min,充气搅拌均匀后在  $80^{\circ}\text{C}$  ~  $85^{\circ}\text{C}$  下静置使废乳化油分层成为下层的水层、中层的油水混合层和上层的油层,静置时间不少于 8hour,静置结束后放出下部的水层,完成综合反应,对中层的油水混合层重新实施预处理;

综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 85% 的  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$  溶液的质量是废乳化油质量的 1.5% ~ 6.5%;破乳剂的溶质选用十二烷基硫酸钠和壬基酚聚氧乙烯醚的混合物,十二烷基硫酸钠的质量是壬基酚聚氧乙烯醚质量的 65% ~ 150%,破乳剂的质量百分比浓度为 8% ~ 10%,破乳剂的用量为每 L 废乳化油加入 6g ~ 8g;

深度反应时,将完成了综合反应的废乳化油上层的油层在至少 0.2MPa 气压下充气搅拌,充气搅拌时间不少于 30min,充气搅拌后静置沉降 12hour ~ 24hour,静置沉降后加入催化剂二,在至少 0.2MPa 气压下充气搅拌 10min ~ 15min,充气搅拌均匀后在至少  $80^{\circ}\text{C}$  下静置使废乳化油分层成为下层的水层、中层的油水混合层和上层的油层,静置时间不少于 12hour,静置结束后放出下部的水层,对上层的油层实施过滤,过滤后得到成品油,完成深度反应,随后对中层的油水混合层重新实施预处理;

深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 30% ~ 40% 的  $\text{H}_2\text{O}_2$  或质量百分比浓度为 0.5% ~ 2.5% 的 NaOH;选用  $\text{H}_2\text{O}_2$  时,  $\text{H}_2\text{O}_2$  溶液的质量是废乳化油质量的 0.1% ~ 1.5%,选用 NaOH 时, NaOH 溶液的质量是废乳化油质量的 0.2% ~ 2.8%。

## 废乳化油净化方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及加工用过的润滑剂以回收有用的产品领域,具体为一种废乳化油净化方法。

### 背景技术

[0002] 工业发展动力设备较多,作为冷却润滑介质的乳化油被频繁而广泛地使用,设备使用时乳化油往往混杂在废水中一同排出,由于废水中含较多的乳化油成分,如果直接排放不仅对环境造成污染,同时浪费较大,排入市政管网后还加剧了污水处理难度。目前,对废乳化油的处理还缺乏经济有效的手段,不仅对环境压力大,而且浪费资源。同时,乳化油,在各大工业领域都有广泛的应用,长时间使用后的废乳化液中分离出的乳化油数量庞大,需要一个系统良好的处理废乳化液,对大范围的乳化油浪费现象进行改善,将废乳化油净化为纯净的油液,降低管网污水处理的难度,减少环境污染,提高能源的利用度。

### 发明内容

[0003] 为了克服现有技术的缺陷,提供一种净化度高、操作简便、处理能力强的废油回收方法,本发明公开了一种废乳化油净化方法。

[0004] 本发明通过如下技术方案达到发明目的:

[0005] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,其特征是:按如下步骤依次进行:

[0006] 预处理时,先将废乳化油加热至  $60^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$ ,随后将加热后的废乳化油静置沉降,静置沉降时间不少于 8hour,使内部混杂的固体杂质沉淀,沉淀分层完成将固体杂质过滤除去,将过滤后的废乳化油在至少 0.2MPa 气压下充气搅拌,充气搅拌时间不少于 30min,完成预处理;

[0007] 综合反应时,先对完成了预处理的废乳化油实施高压电解,电解时电压为  $10\text{kV} \sim 50\text{kV}$ ,电解时间  $100\text{min} \sim 180\text{min}$ ,结束后沉淀至少 30min,随后在完成了高压电解的废乳化油内加入催化剂一和破乳剂,在至少 0.2MPa 气压下充气搅拌  $10\text{min} \sim 15\text{min}$ ,充气搅拌均匀后在  $80^{\circ}\text{C} \sim 85^{\circ}\text{C}$  下静置使废乳化油分层成为下层的水层、中层的油水混合层和上层的油层,静置时间不少于 8hour,静置结束后放出下部的水层,完成综合反应,对中层的油水混合层重新实施预处理;

[0008] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为  $80\% \sim 90\%$  的  $\text{H}_3\text{PO}_4$  或质量百分比浓度为  $70\% \sim 97\%$  的  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ;选用  $\text{H}_3\text{PO}_4$  时,  $\text{H}_3\text{PO}_4$  溶液的质量是废乳化油质量的  $1.5\% \sim 6.5\%$ ;选用  $\text{H}_2\text{SO}_4$  时,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液的质量是废乳化油质量的  $0.5\% \sim 3.6\%$ ;破乳剂的溶质选用十二烷基硫酸钠和壬基酚聚氧乙烯醚的混合物,十二烷基硫酸钠的质量是壬基酚聚氧乙烯醚质量的  $65\% \sim 150\%$ ,破乳剂的质量百分比浓度为  $8\% \sim 10\%$ ,破乳剂的用量为每 L 废乳化油加入  $6\text{g} \sim 8\text{g}$ ;

[0009] 深度反应时,将完成了综合反应的废乳化油上层的油层在至少 0.2MPa 气压下充

气搅拌,充气搅拌时间不少于 30min,充气搅拌后静置沉降 12hour ~ 24hour,静置沉降后加入催化剂二,在至少 0.2MPa 气压下充气搅拌 10min ~ 15min,充气搅拌均匀后在至少 80℃ 下静置使废乳化油分层成为下层的水层、中层的油水混合层和上层的油层,静置时间不少于 12hour,静置结束后放出下部的水层,对上层的油层实施过滤,过滤后得到成品油,完成深度反应,随后对中层的油水混合层重新实施预处理;

[0010] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 30% ~ 40% 的  $H_2O_2$  或质量百分比浓度为 0.5% ~ 2.5% 的 NaOH;选用  $H_2O_2$  时,  $H_2O_2$  溶液的质量是废乳化油质量的 0.1% ~ 1.5%, 选用 NaOH 时, NaOH 溶液的质量是废乳化油质量的 0.2% ~ 2.8%。

[0011] 所述的废乳化油净化方法,其特征是:预处理时,先将废乳化油加热至 85℃;综合反应时,催化剂一选用质量百分比浓度为 85% 的  $H_3PO_4$ 。

[0012] 本发明废乳化油再生系统,是将物理、化学的处理技术与生产工艺紧密结合,实现对废乳化油的再生利用。本发明具有如下有益效果:

[0013] 1. 一次性投资低;

[0014] 2. 处理效果稳定;

[0015] 3. 乳化油再生利用率高。

## 附图说明

[0016] 图 1 是本发明的流程图。

## 具体实施方式

[0017] 以下通过具体实施例进一步说明本发明。

[0018] 实施例 1

[0019] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,如图 1 所示,按如下步骤依次进行:

[0020] 预处理时,先将废乳化油加热至 60℃,随后将加热后的废乳化油静置沉降,静置沉降时间不少于 8hour,使内部混杂的固体杂质沉淀,沉淀分层完成将固体杂质过滤除去,将过滤后的废乳化油在至少 0.2MPa 气压下充气搅拌,充气搅拌时间不少于 30min,完成预处理;

[0021] 综合反应时,先对完成了预处理的废乳化油实施高压电解,电解时电压为 10kV,电解时间 100min,结束后沉淀至少 30min,随后在完成了高压电解的废乳化油内加入催化剂一和破乳剂,在至少 0.2MPa 气压下充气搅拌 10min ~ 15min,充气搅拌均匀后在 80℃ ~ 85℃ 下静置使废乳化油分层成为下层的水层、中层的油水混合层和上层的油层,静置时间不少于 8hour,静置结束后放出下部的水层,完成综合反应,对中层的油水混合层重新实施预处理;

[0022] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 80% 的  $H_3PO_4$ ,  $H_3PO_4$  溶液的质量是废乳化油质量的 1.5%;破乳剂的溶质选用十二烷基硫酸钠和壬基酚聚氧乙烯醚的混合物,十二烷基硫酸钠的质量是壬基酚聚氧乙烯醚质量的 65%,破乳剂的质量百分比浓度为 8%,破乳剂的用量为每 L 废乳化油加入 6g;

[0023] 深度反应时,将完成了综合反应的废乳化油上层的油层在至少 0.2MPa 气压下充

气搅拌,充气搅拌时间不少于 30min,充气搅拌后静置沉降 12hour ~ 24hour,静置沉降后加入催化剂二,在至少 0.2MPa 气压下充气搅拌 10min ~ 15min,充气搅拌均匀后在至少 80℃ 下静置使废乳化油分层成为下层的水层、中层的油水混合层和上层的油层,静置时间不少于 12hour,静置结束后放出下部的水层,对上层的油层实施过滤,过滤后得到成品油,完成深度反应,随后对中层的油水混合层重新实施预处理;

[0024] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 30% 的  $H_2O_2$ ,  $H_2O_2$  溶液的质量是废乳化油质量的 0.1%。

[0025] 实施例 2

[0026] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,

[0027] 预处理时,先将废乳化油加热至 68℃;

[0028] 综合反应时,电解时电压为 18kV,电解时间 116min;

[0029] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 82% 的  $H_3PO_4$ ,  $H_3PO_4$  溶液的质量是废乳化油质量的 2.5%;破乳剂的溶质选用十二烷基硫酸钠和壬基酚聚氧乙烯醚的混合物,十二烷基硫酸钠的质量是壬基酚聚氧乙烯醚质量的 82%,破乳剂的质量百分比浓度为 8.4%,破乳剂的用量为每 L 废乳化油加入 6.4g;

[0030] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 32% 的  $H_2O_2$ ,  $H_2O_2$  溶液的质量是废乳化油质量的 0.3%。

[0031] 其他步骤都和实施例 1 同。

[0032] 实施例 3

[0033] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,

[0034] 预处理时,先将废乳化油加热至 76℃;

[0035] 综合反应时,电解时电压为 26kV,电解时间 132min;

[0036] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 84% 的  $H_3PO_4$ ,  $H_3PO_4$  溶液的质量是废乳化油质量的 3.5%;破乳剂的溶质选用十二烷基硫酸钠和壬基酚聚氧乙烯醚的混合物,十二烷基硫酸钠的质量是壬基酚聚氧乙烯醚质量的 99%,破乳剂的质量百分比浓度为 8.8%,破乳剂的用量为每 L 废乳化油加入 6.8g;

[0037] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 34% 的  $H_2O_2$ ,  $H_2O_2$  溶液的质量是废乳化油质量的 0.6%。

[0038] 其他步骤都和实施例 1 同。

[0039] 实施例 4

[0040] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,

[0041] 预处理时,先将废乳化油加热至 84℃;

[0042] 综合反应时,电解时电压为 34kV,电解时间 148min;

[0043] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 86% 的  $H_3PO_4$ ,  $H_3PO_4$  溶液的质量是废乳化油质量的 4.5%;破乳剂的溶质选用十二烷基硫酸钠和壬基酚聚氧乙烯醚的混合物,十二烷基硫酸钠的质量是壬基酚聚氧乙烯醚质量的 116%,破乳剂的质量百分比浓度为 9.2%,破乳剂的用量为每 L 废乳化油加入 7.2g;

[0044] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 36% 的  $H_2O_2$ ,  $H_2O_2$  溶液的质量是废乳化油质量的 0.9%。

- [0045] 其他步骤都和实施例 1 同。
- [0046] 实施例 5
- [0047] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,
- [0048] 预处理时,先将废乳化油加热至 92℃ ;
- [0049] 综合反应时,电解时电压为 42kV,电解时间 164min ;
- [0050] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 88% 的  $H_3PO_4$ ,  $H_3PO_4$  溶液的质量是废乳化油质量的 5.5% ;破乳剂的溶质选用十二烷基硫酸钠和壬基酚聚氧乙烯醚的混合物,十二烷基硫酸钠的质量是壬基酚聚氧乙烯醚质量的 133%,破乳剂的质量百分比浓度为 9.6%,破乳剂的用量为每 L 废乳化油加入 7.6g ;
- [0051] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 38% 的  $H_2O_2$ ,  $H_2O_2$  溶液的质量是废乳化油质量的 1.2%。
- [0052] 其他步骤都和实施例 1 同。
- [0053] 实施例 6
- [0054] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,
- [0055] 预处理时,先将废乳化油加热至 100℃ ;
- [0056] 综合反应时,电解时电压为 50kV,电解时间 180min ;
- [0057] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 90% 的  $H_3PO_4$ ,  $H_3PO_4$  溶液的质量是废乳化油质量的 6.5% ;破乳剂的溶质选用十二烷基硫酸钠和壬基酚聚氧乙烯醚的混合物,十二烷基硫酸钠的质量是壬基酚聚氧乙烯醚质量的 150%,破乳剂的质量百分比浓度为 10%,破乳剂的用量为每 L 废乳化油加入 8g ;
- [0058] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 40% 的  $H_2O_2$ ,  $H_2O_2$  溶液的质量是废乳化油质量的 1.5%。
- [0059] 其他步骤都和实施例 1 同。
- [0060] 实施例 7
- [0061] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,
- [0062] 预处理时,先将废乳化油加热至 85℃ ;
- [0063] 综合反应时,电解时电压为 30kV,电解时间 140min ;
- [0064] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 85% 的  $H_3PO_4$ ,  $H_3PO_4$  溶液的质量是废乳化油质量的 4% ;破乳剂的溶质选用十二烷基硫酸钠和壬基酚聚氧乙烯醚的混合物,十二烷基硫酸钠的质量是壬基酚聚氧乙烯醚质量的 150%,破乳剂的质量百分比浓度为 9%,破乳剂的用量为每 L 废乳化油加入 7g ;
- [0065] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 35% 的  $H_2O_2$ ,  $H_2O_2$  溶液的质量是废乳化油质量的 0.8%。
- [0066] 其他步骤都和实施例 1 同。
- [0067] 本实施例用以处理的废乳化油的理化指标如表 1 所示 :
- [0068] 表 1
- [0069]

项目		测试标准
含水量(%)	61.2	GB/T 8929-2006 《原油水含量测定法(蒸馏法)》
机械杂质(%)	6.0	GB/T 511-2010 《石油产品和添加剂机械杂质测定法(重量法)》

[0070] 经本实施例处理后得到的成品油品质如表 2 所示：

[0071] 表 2

[0072]

检测项目	参考指标	实测值
闪点(°C)	≥55	196
水和沉积物(%, V/V)	≤1.00	0.98
100°C时运动黏度(mm <sup>2</sup> /s)	[5.0,8.9]	7.9
灰分(%, m/m)	≤0.15	0.13

[0073] 实施例 8

[0074] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,

[0075] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 70% 的 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>,H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>溶液的质量是废乳化油质量的 0.5%；

[0076] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 0.5% 的 NaOH,NaOH 溶液的质量是废乳化油质量的 0.2%。

[0077] 其他步骤都和实施例 1 同。

[0078] 实施例 9

[0079] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,

[0080] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 75.4% 的 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>,H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>溶液的质量是废乳化油质量的 1.12%；

[0081] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 0.9% 的 NaOH,NaOH 溶液的质量是废乳化油质量的 0.72%。

[0082] 其他步骤都和实施例 2 同。

[0083] 实施例 10

[0084] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,

[0085] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 80.8% 的 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>,H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>溶液的质量是废乳化油质量的 1.74%；

[0086] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 1.3% 的 NaOH,NaOH 溶液的质量是废乳化油质量的 1.24%。

[0087] 其他步骤都和实施例 3 同。

[0088] 实施例 11

[0089] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,

[0090] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 86.2% 的 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>,H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>溶液的质量是

废乳化油质量的 2.36%；

[0091] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 1.7% 的 NaOH,NaOH 溶液的质量是废乳化油质量的 1.76%。

[0092] 其他步骤都和实施例 4 同。

[0093] 实施例 12

[0094] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,

[0095] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 91.6% 的  $H_2SO_4$ , $H_2SO_4$  溶液的质量是废乳化油质量的 2.98%；

[0096] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 2.1% 的 NaOH,NaOH 溶液的质量是废乳化油质量的 2.28%。

[0097] 其他步骤都和实施例 5 同。

[0098] 实施例 13

[0099] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,

[0100] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 97% 的  $H_2SO_4$ , $H_2SO_4$  溶液的质量是废乳化油质量的 3.6%；

[0101] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 2.5% 的 NaOH,NaOH 溶液的质量是废乳化油质量的 2.8%。

[0102] 其他步骤都和实施例 6 同。

[0103] 实施例 14

[0104] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,

[0105] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 84% 的  $H_3PO_4$ , $H_3PO_4$  溶液的质量是废乳化油质量的 3.5%；

[0106] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 1.3% 的 NaOH,NaOH 溶液的质量是废乳化油质量的 1.24%。

[0107] 其他步骤都和实施例 3 同。

[0108] 实施例 15

[0109] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,

[0110] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 86% 的  $H_3PO_4$ , $H_3PO_4$  溶液的质量是废乳化油质量的 4.5%；

[0111] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 1.7% 的 NaOH,NaOH 溶液的质量是废乳化油质量的 1.76%。

[0112] 其他步骤都和实施例 4 同。

[0113] 实施例 16

[0114] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,

[0115] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 80.8% 的  $H_2SO_4$ , $H_2SO_4$  溶液的质量是废乳化油质量的 1.74%；

[0116] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 34% 的  $H_2O_2$ , $H_2O_2$  溶液的质量是废乳化油质量的 0.6%。

[0117] 其他步骤都和实施例 10 同。

[0118] 实施例 17

[0119] 一种废乳化油净化方法,包括预处理、综合反应和深度反应三个依次进行的步骤,

[0120] 综合反应中,催化剂一选用质量百分比浓度为 86.2% 的  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液的质量是废乳化油质量的 2.36% ;

[0121] 深度反应中,催化剂二选用质量百分比浓度为 36% 的  $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$  溶液的质量是废乳化油质量的 0.9%。

[0122] 其他步骤都和实施例 11 同。

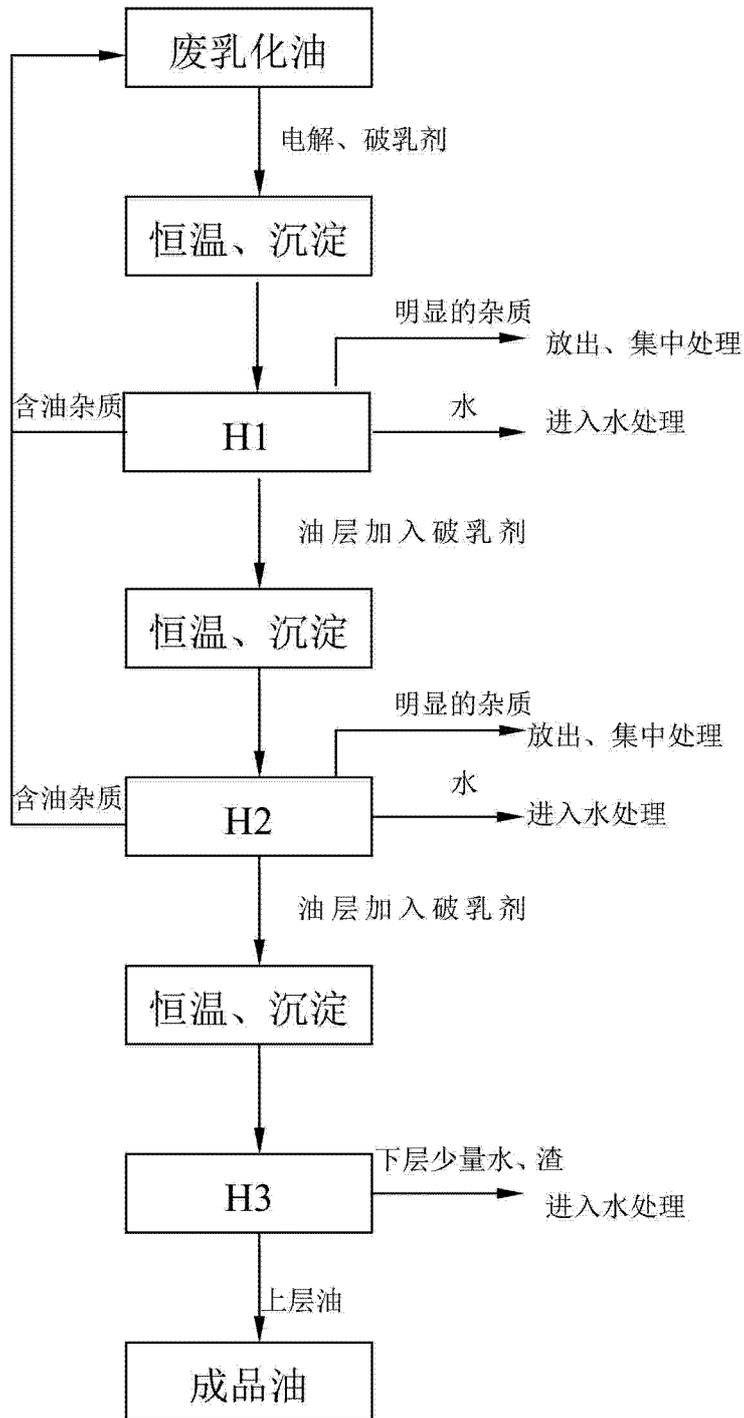


图 1